

**AUS DEM LEHRSTUHL
FÜR ZAHNÄRZTLICHE PROTHETIK
PROF. G. HANDEL
DER FAKULTÄT FÜR MEDIZIN
DER UNIVERSITÄT REGENSBURG**

**Die Bruchfestigkeit
von Zirkoniumdioxid in Abhängigkeit von der Zementspaltbreite und
den Zementeigenschaften von Glasionomerkement**

-

Eine in-vitro Studie

Inaugural-Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Zahnmedizin
der
Fakultät für Medizin
der Universität Regensburg

vorgelegt von
Sebastian Meier

2011

**AUS DEM LEHRSTUHL
FÜR ZAHNÄRZTLICHE PROTHETIK
PROF. G. HANDEL
DER FAKULTÄT FÜR MEDIZIN
DER UNIVERSITÄT REGENSBURG**

**Die Bruchfestigkeit
von Zirkoniumdioxid in Abhängigkeit von der Zementspaltbreite und
den Zementeigenschaften von Glasionomerkement**

-

Eine in-vitro Studie

Inaugural-Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Zahnmedizin
der
Fakultät für Medizin
der Universität Regensburg

vorgelegt von
Sebastian Meier

2011

Dekan

1. Berichterstatter:

2. Berichterstatter:

Tag der mündlichen Prüfung:

Prof. Dr. Dr. T.E. Reichert

Prof. Dr. M. Behr

Prof. Dr. Dr. P. Proff

22.03.2012

Meiner Familie gewidmet

Hinweis:

Die im nachfolgenden Text genannten Handelsnamen, Warenbezeichnungen und Gebrauchsbezeichnungen sind teilweise patent- und urheberrechtlich geschützt. Aus dem Fehlen eines besonderen Hinweises bzw. des Zeichens ® darf nicht geschlossen werden, dass kein Patent oder urheberrechtlicher Schutz besteht.

Inhaltsverzeichnis

1. EINLEITUNG		1
2. LITERATURÜBERSICHT		3
2.1	Dentale Keramiken	3
2.1.1	Allgemeines	3
2.1.2	Überblick	4
2.1.2.1	Einteilung	4
2.1.2.2	Silikatkeramiken	5
2.1.2.3	Oxidkeramiken	5
2.1.2.3.1	Glasinfiltrierte Oxidkeramiken	6
2.1.2.3.2	Polykristalline Oxidkeramiken	6
2.1.3	Zirkoniumdioxid	7
2.1.3.1	Charakteristika	7
2.1.3.2	Strukturelle Eigenschaften	8
2.1.3.2.1	Stabilisierung des Zirkoniumdioxids	8
2.1.3.2.2	Die Phasentransformationsfestigung	9
2.1.3.3	Mechanische Eigenschaften	10
2.1.3.4	Verarbeitung von Zirkoniumdioxidkeramik	11
2.1.3.4.1	Bearbeitung von Grünkörpern	12
2.1.3.4.2	Bearbeitung von Weißkörpern	12
2.1.3.4.3	Bearbeitung von dichtgesintertem Zirkoniumdioxid	12
2.2	Dentale Zemente	13
2.2.1	Definition und Entwicklung	13
2.2.2	Anforderungen und Normen	14
2.2.3	Glasionomierzement	14
2.2.3.1	Charakteristika	14
2.2.3.2	Abbindereaktion	16
2.2.3.3	Beeinflussung des Abbindemechanismus	17
2.2.3.4	Adhäsionsmechanismus	18

3. AUFGABENSTELLUNG

20

4. MATERIAL UND METHODE

21

4.1	Übersicht	21
4.2	Prüfgruppen	22
4.3	Herstellung der Cercon®-Prüfplättchen	23
4.4	Herstellung der Prüfkörper	25
4.4.1	Zahnauswahl	25
4.4.2	Präparation der Zähne	25
4.4.3	Sockeln der Zähne	26
4.5	Zementieren der Cercon®-Plättchen	28
4.5.1	Verarbeitung des Zements	28
4.5.2	Einstellen des Zementspaltes	28
4.6	Kontrolluntersuchungen	31
4.6.1	Vickers Härteprüfverfahren	31
4.6.2	Lichtmikroskopische Analyse	33
4.6.2.1	Analyse des Zementspalts	34
4.6.2.2	Analyse der Zementstruktur	35
4.7	Bestimmung der Bruchfestigkeit	36
4.8	Statistische Auswertung	37

5. ERGEBNISSE

38

5.1	Kontrollversuche	38
5.1.1	Vickers Härteprüfung	38
5.1.2	Lichtmikroskopische Analyse	39
5.1.2.1	Analyse des Zementspalts	39
5.1.2.2	Analyse der Zementstruktur	42
5.2	Bestimmung der Bruchfestigkeit	48
5.2.1	Vergleich der Zementspaltveränderungen	48
5.2.2	Vergleich aller Zementveränderungen	49

6. DISKUSSION	51
6.1 Diskussion des Materials	51
6.2 Diskussion der Methodik	52
6.2.1 Zementspalt	52
6.2.2 Zementeigenschaften	53
6.3 Diskussion der Ergebnisse	53
6.4 Klinische Aspekte und Resultat	55
7. Zusammenfassung	56
8. Literaturverzeichnis	58
9. Danksagung	69
10. Lebenslauf	70

1. Einleitung

Das Versagen von vollkeramischen Restaurationen kann auf drei Arten vonstatten gehen. Es sind Sprödbrüche, duktile Brüche oder radiale Biegebrüche möglich. Feinkörnige Glaskeramiken zeigen eher Sprödbrüche, während grobkörnige Glaskeramiken und Strukturkeramiken wie z.B. Aluminiumoxid- oder Zirkoniumdioxidkeramiken eher zu radialen Biegebrüchen tendieren [1].

Bei großer Keramikschichtstärke dominieren die Werkstoffeigenschaften. Falls die Schichtstärke einer Keramikverblendung (= Glaskeramik) deutlich mehr als 1 mm beträgt, wird das Bruchverhalten primär von den Materialeigenschaften der Keramik beeinflusst [1, 2]. Daraus lässt sich folgern, dass sich das typische Versagensmuster entweder als Spröbruch oder duktiler Bruch darstellt. In diesem Fall hängt die Bruchbelastung vom Radius des Prüfstempels ab, welcher klinisch z. B. ein Zahnhöcker ist. Wenn jedoch die Dicke der Keramik unter 1 mm fällt, werden radiale Biegebrüche vorherrschend. Dies hat einige Konsequenzen. Die Bruchbelastung wird unabhängig vom Prüfstempelradius, aber die Formsteifigkeit des Unterbaus wie z. B. des Befestigungszements wird immer wichtiger bezüglich der Bruchfestigkeit der Konstruktion. Bei einem zweischichtigen System, bestehend aus Keramik und darunterliegendem Zement, kann die Bruchbelastung (L_f) mit folgender Formel berechnet werden [3]:

$$L_{\text{Bruch}} = B S_{\text{Keramik}} d^2 / \log (E_{\text{Keramik}} / E_{\text{Zement}})$$

L = Bruchbelastung; B = Koeffizient; S = Biegebruchfestigkeit; d = Keramikdicke; E = Elastizitätsmodul

In der Regel beginnt der Bruch einer vollkeramischen Krone auf der Innenseite der Keramik – der Zementoberfläche –, da dort die Zugspannung am höchsten ist [4]. Der entstandene Riss setzt sich durch die Keramik zur Oberfläche hin fort und führt schließlich zum Bruch. Wie die Formel zeigt, hat der Zahnarzt nur eine Möglichkeit, um die Bruchfestigkeit von vollkeramischen Kronen zu beeinflussen. Die Eigenschaften des Dentins und des keramischen Materials (z. B. Zirkoniumdioxid) sind vorgegeben und können vom Behandler nicht verändert werden. Jedoch kann der Zahnarzt den Befestigungszement frei wählen und somit auf die Formsteifigkeit, das E-Modul und die Dicke der Zementschicht Einfluss nehmen. Darüber hinaus kann das Vorgehen beim Zementieren das Ergebnis beeinflussen [5]. Falls die Dentin- oder Kronenoberfläche beispielsweise mit Öl aus dem Handstück kontaminiert ist oder unsachgemäßes Anmischen viele Luftblasen im Befestigungszement verursacht, kann dies zu einer Verschlechterung der Zementeigenschaften führen und so die Wahrscheinlichkeit eines radialen Biegebruchs erhöhen.

Ein Vorteil von Zirkoniumdioxid gegenüber Glaskeramik ist, dass eine adhäsive Verbindung zwischen Zahnersatz und Zahn nicht nötig ist. Es können konventionelle Zemente wie z. B. Zinkoxidphosphatzement oder Glasionomierzement verwendet werden. Dies macht die klinische Zementierung einfacher. Der Zusammenhang zwischen Zementspaltbreite und Bruchfestigkeit wurde bisher nur für Kunststoffzemente und Glaskeramik untersucht. Molin et al. untersuchten den Einfluss der Zementdicke von Kunststoffzementen auf die Biegefestigkeit der Keramik-/Kunststoff-Verbindung. Eine 20 µm Filmdicke hatte signifikant niedrigere Biegefestigkeitswerte als Proben von 50, 100, 200 µm Dicke. Die Autoren stellten fest, dass durch den Anmischvorgang Luft in die Zementmasse eingeschlossen wurde. Sie nahmen an, dass bei größeren Zementstärken durch diese Porositäten der Kontraktionsstress einheitlicher verteilt wird. Der reduzierte Polymerisationsstress in dickeren Zementfilmen könnte den frühzeitigen Adhäsionsverlust vermeiden und der Ausbreitung von initialen Rissbildungen vorbeugen. Ähnliche Ergebnisse wurden auch in der Literatur beschrieben. Scherrer et al. fanden signifikant niedrigere Bruchwerte, wenn Keramikplättchen (12,5 x 12,5 x 2 mm) mit einem dünneren Zementpalt (26 µm) als mit einer 10mal dickeren Zementschicht von 297 µm zementiert wurden [6]. Für all diese Versuche ist es wichtig, dass auch die Dicke der Keramik immer exakt gleich bleibt. Prakki zeigte, dass bei 1 mm dicken Keramikplättchen die Bruchfestigkeit mit der Zementschichtstärke (100, 200, 300 µm) zunahm, während die gleichen Zementpaltbreiten bei 2 mm dicken Keramikplättchen die Bruchfestigkeit nicht beeinflussten [7]. Im letzteren Fall werden die Werkstoffeigenschaften vorherrschend, während radiale Biegebrüche abnehmen. Damit ist erklärbar, warum Kim, der 2 mm dicke Keramikronen untersuchte, zu dem Schluss kam, dass die Zementfilmdicke die Bruchfestigkeit nicht beeinflusste [8].

All diese Studien wurden mit Glaskeramiken und Kunststoffzement durchgeführt. Es ist daher nicht bekannt, wie Zirkoniumdioxid-Plättchen (< 1 mm) reagieren werden, wenn sie mit unterschiedlich großen Zementpaltmaßen mit einem Glasionomierzement zementiert werden, und welchen Einfluss die Kontamination der Dentinoberfläche oder eine erhöhte Porosität des Zements auf das radiale Biegebruchverhalten von Zirkoniumdioxid haben werden.

Die Hypothese dieser Arbeit war, dass **die Zementpaltstärke, die Oberflächenkontamination und die Zementporosität das Frakturverhalten von dünnen (< 1 mm) Zirkoniumdioxid-Plättchen, welche auf menschliche Zähne zementiert werden, nicht beeinflussen.**

2. Literaturübersicht

2.1 Dentale Keramiken

2.1.1 Allgemeines

Aufgrund immer höher werdender ästhetischer Anforderungen wurde bereits im 19. Jahrhundert damit begonnen, vollkeramische Zahnrestorationen zu entwickeln. Einen ersten Erfolg stellten dabei die durch Charles Henry Land erfundenen „Jacket-Kronen“ dar [9]. Der Begriff „Keramik“ bezeichnet dabei im Allgemeinen eine Gruppe metallfreier und anorganischer Werkstoffe. Diese werden durch einen längeren Brennprozess oberhalb von 800 °C zu dauerhaften Gegenständen mit den charakteristischen Werkstoffeigenschaften – weitgehend wasserbeständig und meist teil- oder ganz kristallin – gesintert [10]. Für den Einsatz in der Zahnheilkunde geeignete Keramiken stellen in ihrer Zusammensetzung ein Zwischenprodukt zwischen Keramik und Glas dar (vgl. Tab. 2-1). Vom Porzellan unterscheiden sie sich nur durch den prozentualen Anteil der 3 Hauptbestandteile Feldspat, Quarz und Kaolin.

	Dentalkeramik	Porzellan
Feldspat	60 – 80 Gew%	12 – 30 Gew%
Quarz	15 – 25 Gew%	20 – 30 Gew%
Kaolin	0 – 5 Gew%	40 – 70 Gew%

Tab. 2-1.: Zusammensetzung von Dentalkeramiken [11]

Neben der Vielzahl an Verarbeitungsmöglichkeiten bestechen Dentalkeramiken auch durch ihren für den Patienten wohl größten Vorteil – die Ästhetik. Eine hohes Maß an Authentizität kann durch die Zugabe von Farbpigmenten (Metalloxiden) oder Fluoreszenzbildnern (Uran, Cäsium...) erreicht werden [12]. Diese Vorteile werden durch ein hohes Maß an Härte (4000 – 5000 MPa), Druckfestigkeit (800 – 1000 MPa), chemische Stabilität, Biokompatibilität sowie Mundbeständigkeit ergänzt [13, 14]. Auch sind der dem Schmelz ($11,4 \times 10^{-6}/K$) sehr ähnliche Wärmeausdehnungskoeffizient ($10,5 - 13,8 \times 10^{-6}/K$) und die geringe Wärmeleitfähigkeit nicht von Nachteil [15, 16]. Durch die geringe Plaqueakkumulation wird eine gute parodontale Verträglichkeit und eine potentielle Reduktion an Sekundärkaries erreicht [17, 18, 19, 20].

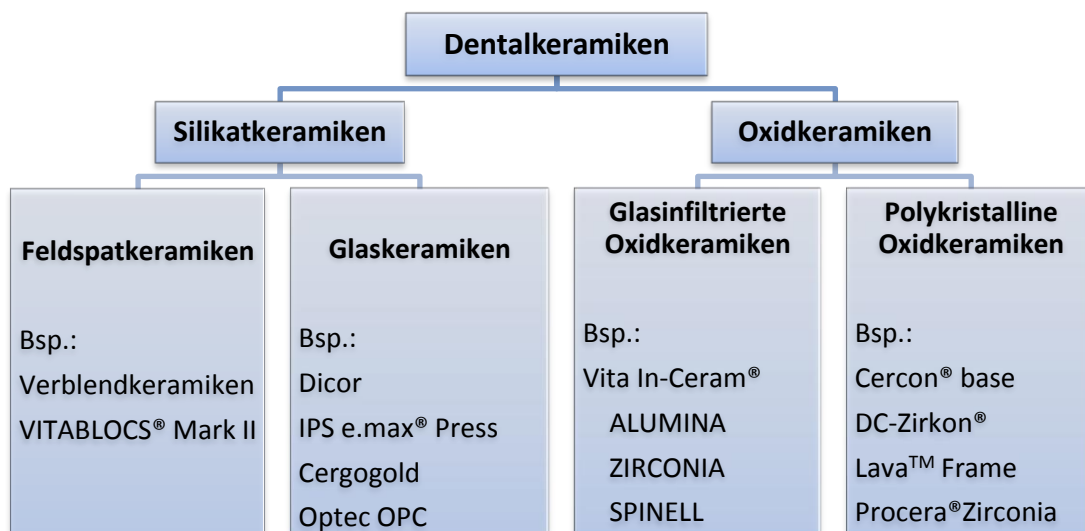
Keramiken besitzen allerdings nicht nur positive Eigenschaften. So sind keramische Massen nicht plastisch verformbar und besitzen nur eine vergleichsweise geringe Zug- (40 – 100 MPa) und Biegefestigkeit (100 – 180 MPa), was bei falscher Indikation ein gewisses Defektrisiko darstellt. Leider können diese keramischen Defekte intraoral nur provisorisch ausgebessert werden. Eine extraorale Reparatur oder gar eine Neuanfertigung ist daher oft unvermeidbar [11].

In der Zahnheilkunde finden Keramiken mittlerweile zahlreiche Anwendung. So können sie z. B. gerade prothetisch sowohl bei festsitzendem wie herausnehmbarem Zahnersatz zum Einsatz kommen [11, 14, 21, 22].

2.1.2 Überblick

2.1.2.1 Einteilung

Keramiken können unter verschiedenen Aspekten in einzelne Gruppen eingeteilt werden. Eine Unterscheidung hinsichtlich des Verarbeitungsverfahrens oder Befestigungsverfahrens ist ebenso praktikabel wie eine Abgrenzung bezüglich der klinischen Anwendungsbereiche.



Tab. 2-2: Einteilung von Dentalkeramiken [22]

So lassen sich sowohl Silikatkeramiken vor allem im Frontzahnbereich als gegossene, gepresste, geschichtete oder auch gefräste Inlays, Onlays, Veneers und Einzelzahnkronen adhäsiv befestigen als auch oxidische CAD/CAM-gefräste und anschließend mit silikatischer

Verblendkeramik versehene Hochleistungskeramiken als Brückengerüste im Seitenzahngebiet konventionell zementieren [21, 23, 24]. Am sinnvollsten erscheint jedoch die obige Einteilung nach werkstoffkundlichen Gesichtspunkten, bei der sowohl Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung als auch in der Festigkeit der einzelnen Keramiken berücksichtigt werden (siehe Tab. 2.2).

2.1.2.2 Silikatkeramiken

Unter dem Begriff „Silikatkeramiken“ versteht man vorwiegend heterogene Keramiken aus gleichen oder verschiedenen Kristallen, welche in eine Glasphase eingebettet sind. Dadurch entstehen die entscheidenden Merkmale dieser Keramiken, glasig-amorphe Phasen und eine ausgeprägte Porenstruktur. Sowohl die klassischen, zur Verblendung von Gerüstmaterialien verwendeten Feldspatkeramiken, als auch neuere Glaskeramiken, wie leuzitverstärktes Lithiumdisilikat (IPS e.max® Press), weisen hervorragende ästhetische Eigenschaften auf und sind so zu einer Art „Chamäleon-Effekt“ in der Lage. Jedoch ist es bislang nicht gelungen, ihre Biegefestigkeit auf über 400 Pascal zu erhöhen, was zu einer Einschränkung ihres Einsatzbereichs auf adhäsiv befestigte Veneers, Inlays, Onlays, Teilkronen und Einzelzahnkronen führt [25, 26, 27].

2.1.2.3 Oxidkeramiken

Im Gegensatz zu Silikatkeramiken können Oxidkeramiken auch als Brückengerüste, Primärteleskope oder Implantatabutments verwendet werden und müssen auch nicht unbedingt adhäsiv befestigt werden, da sie mit ca. 1500 N wesentlich höhere Bruchfestigkeitswerte aufweisen [21, 27, 28, 29, 30].

Dies wird unter anderem dadurch erreicht, dass bei Oxidkeramiken der Anteil der kristallinen Phase zur Glasphase deutlich überwiegt und somit eine polykristalline Struktur vorliegt. Sie bestehen teils aus einfachen, wie Al_2O_3 und ZrO_2 , und teils aus komplexen Oxiden, wie Spinell ($\text{MgO} * \text{Al}_2\text{O}_3$), und können durch Zugabe weiterer Oxide in ihren Eigenschaften verändert werden. Durch ihre gelblich-weiße Farbe sind sie für den Einsatz in der Zahnmedizin gut geeignet. Jedoch müssen sie aufgrund ihrer hohen Opazität im Unterschied zu den

Silikatkeramiken verblended werden, um ein ästhetisch ansprechendes Ergebnis zu erreichen [22, 24, 31].

2.1.2.3.1 Glasinfiltrierte Oxidkeramiken

Unter glasinfiltrierten Oxidkeramiken ist zumeist eine Keramik auf Aluminiumoxidbasis zu verstehen. Dazu wird ein bei 1200 °C gesintertes poröses Oxidgerüst nachträglich mit Lanthan-glas infiltriert. Der Hauptverteter dieser Keramik ist das von der Firma VITA (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen) entwickelte VITA In-Ceram®-System [32, 33, 34].

Die Festigkeit ist dabei wie bei allen infiltrierten Oxidkeramiken direkt proportional mit der Anzahl an Oxiden in der Keramik. Trotz verbesserter Festigkeitswerte sind Aluminiumoxidgerüste für größere prothetische Versorgungen nicht empfehlenswert. Allerdings können sie bei Einzelkronen oder kleineren Brücken eine Alternative zum Zirkonoxid darstellen [24, 35, 36].

2.1.2.3.2 Polykristalline Oxidkeramiken

Bei polykristallinen Oxidkeramiken handelt es sich um Hochleistungskeramiken aus Aluminiumoxid oder Zirkoniumdioxid. Sie bestehen rein aus kristallinen Metalloxiden und besitzen keine Glasphase [31]. Seit 1994 ist es mit dem Procera®-System (Nobel Biocare, Göteborg, Schweden) auch möglich, Kronenkappen und Implantatabutments aus einer dicht gesinterten Aluminiumoxidkeramik in einem CAD/CAM-Verfahren herzustellen [37, 38]. Jedoch sind sie, wie alle keramischen Massen, dem dicht gesinterten Zirkoniumdioxid hinsichtlich der Biegebruchfestigkeit und Bruchzähigkeit unterlegen [39]. Dies macht Zirkon zum ersten keramischen Mittel der Wahl für hochbelastbaren Zahnersatz.

Mit modernen Herstellungsverfahren können fast ohne Verarbeitungsadditive stabile, kreideähnliche Grünkörper (Rohlinge) mit hoher Primärdichte erzeugt werden [10]. Durch die nötigen hohen Sinterungstemperaturen entstehen dabei extrem feste wie auch opake Werkstoffe [22, 39].

2.1.3 Zirkoniumdioxid

2.1.3.1 Charakteristika

Zirkoniumdioxid mit der Strukturformel $\text{O}=\text{Zr}=\text{O}$ ist eine Strukturkeramik [40] mit den zurzeit zahnmedizinisch am besten geeigneten Materialeigenschaften (Biegefestigkeit 900 - 1200 MPa). Oftmals wird es synonym auch als Zirkonium, Zirkon oder Zirkondioxid bezeichnet. Aus dem natürlichen Rohstoff Zirkonsilikat ZrSiO_4 wird in aufwendigen Reinigungsprozessen das Isotop des Urans ^{238}U abgeschieden, während Hafnium aufgrund seiner hohen Ähnlichkeit nicht extrahiert werden kann und mit einem gewissen Gewichts-%-Anteil bei allen TZP-Keramiken vorliegt [21].

Dental verwendetes Zirkoniumdioxid entspricht den aus der Übersicht über die nach Iso-Norm 13356 geforderten physikalischen und chemischen Eigenschaften für Zirkonoxid-TZP als chirurgischem Implantatmaterial (Tab. 2-3).

Bestandteile	Anteil in Massen-%
$\text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{Y}_2\text{O}_3$	> 99,0
Y_2O_3	4,5 - 5,4
HfO_2	≤ 5
Al_2O_3	< 0,5
Andere Oxide	< 0,5
Biegefestigkeit	MPa
Biaxiale Biegefestigkeit	≥ 500
Vier-Punkt-Biegefestigkeit	≥ 800
Radioaktivität	Strahlenbelastung in Bq/g
^{238}U , ^{226}Ra , ^{232}Th	< 0,2

Tab. 2-3: Eigenschaften von Zirkoniumdioxid [22]

Somit unterschreitet es in der Regel sogar die Aktivitätsgrenze von 1,0 Bq/g, die hinsichtlich der Radioaktivität in der Isonorm 6872 für Dentalkeramiken gefordert wird. Auch sonst zeichnet sich Zirkoniumdioxid durch eine hervorragende Biokompatibilität und Verträglichkeit aus [41, 42].

2.1.3.2 Strukturelle Eigenschaften

Das in dieser Arbeit verwendete Material, eine Y-TZP-A-Keramik (yttria oxide stabilized tetragonal zirconia polycrystal dopted with alumina) des Cercon®-Systems der Firma Degudent (Hanau), besitzt wie jedes Zirkoniumdioxid drei Polymorphe (vgl. Abb. 2-1).

Bei sehr hohen Temperaturen unterhalb des Schmelzpunktes von 2680 °C besitzt es eine kubische Kristallstruktur. Bei weiterem Abkühlen wandelt es sich ab 2370 °C in eine tetragonale Phase um, bis es unter 1250 °C zum monoklinen Baddeleyit deformiert wird [21].

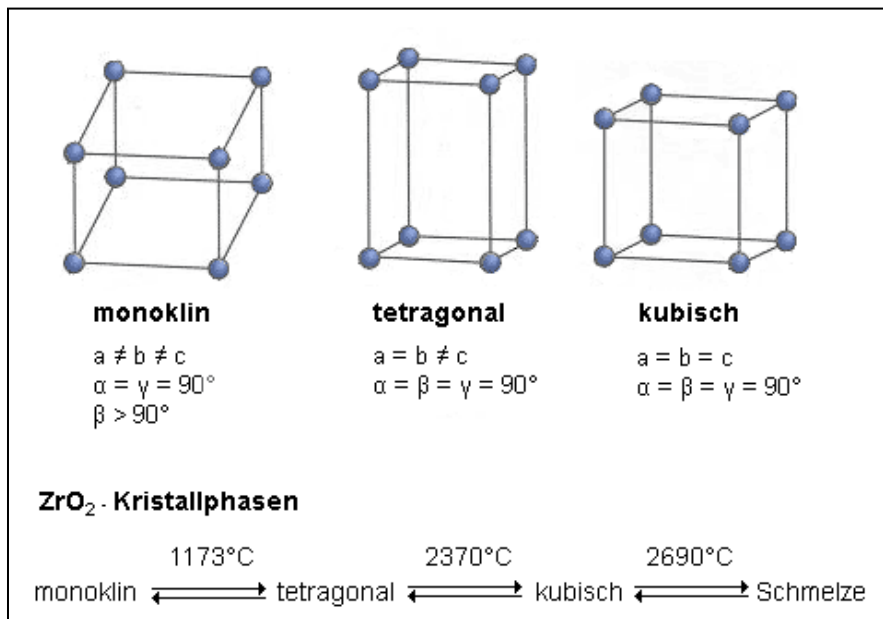


Abb. 2-1: Phasenumwandlung [43]

Beim letzten Schritt der t/m-Phasenumwandlung kommt es zu einer 3 - 5%-igen Volumenzunahme. Dadurch käme es beim Sinterungsprozess mit reinem Zirkoniumdioxid in der letzten Abkühlungsphase zu einer spontanen Rissbildung. Um dieses Problem zu umgehen, werden stabilisierende Oxide, wie MgO, CaO, CeO₂ oder Y₂O₃ zugegeben [21, 22, 44].

2.1.3.2.1 Stabilisierung des Zirkoniumdioxids

Bei der Stabilisierung von Zirkoniumdioxid mithilfe von Oxiden ist besonders das Y₂O₃ von großer Bedeutung, da mit ihm hochbelastbare Zirkonoxidkeramiken hergestellt werden können. Analog ihres Gehaltes an stabilisierenden Oxiden lassen sich Zirkonoxidkeramiken in 3 große Gruppen

einteilen. Das vollstabilisierte Zirkoniumdioxid (FSZ: fully stabilized zirconia), das teilstabilisierte Zirkoniumdioxid (PSZ: partially stabilized Zirkonia) und das Zirkoniumdioxid als tetragonales Zirkonoxid-Polykristall (TZP) [21].

Während im FSZ durch die hohe Menge an Fremdoxiden selbst bis Raumtemperatur die kubische Hochtemperaturphase erhalten bleibt, was die Möglichkeit einer Umwandlungsverstärkung unterbindet, ist im PSZ eine tetragonale Matrix in eine kubische ZrO_2 -Matrix eingebettet. Durch das Dotieren von Zirkoniumdioxid mit Yttriumoxid entsteht das „Y-TZP“, welches bei einem Gehalt von weniger als 5 Gewichts-% vollständig in der tetragonalen Phase erhalten bleibt. Dies bewirkt verbesserte mechanische Eigenschaften, chemische Beständigkeit, Verschleißbeständigkeit sowie günstiges thermisches Ausdehnungsverhalten und thermische Leitfähigkeit von Zirkoniumdioxid [45, 46, 47, 48].

Für den Einsatz in der Zahnheilkunde hat sich das teilstabilisierte Y-TZP mit einer Korngröße, die nicht größer als $0,6\ \mu\text{m}$ sein darf, als das meistverwendete Mittel der Wahl heraus kristallisiert. Die somit vermiedene Umwandlung in die monokline Phase würde andernfalls die mechanischen Eigenschaften wieder verschlechtern [44, 49, 50]. Um die Beständigkeit gegenüber korrosiven Einflüssen zu verbessern, wird zusätzlich eine kleine Menge Aluminiumoxid ($< 1\%$) zugegeben. Dieses um das zehnfache langsamer hydrothermal alternde Zirkoniumdioxid wird dann auch, wie das des Cercon-Systems, als Y-TZP-A-Keramik bezeichnet [21, 22, 51, 52].

2.1.3.2.2 Die Phasentransformationsfestigung

Der bei der t/m-Phasenumwandlung entstehende Volumenzuwachs ist jedoch nicht nur von Nachteil, sondern kann auch zur Festigkeitssteigerung von Keramiken genutzt werden [52]. Das erstmals von Garvie vorgeschlagene Konzept der Phasentransformationsfestigung beschreibt dieses Phänomen hinsichtlich Vorbeugung von kleinen Rissen und deren Ausbreitung [53, 54].

Es muss jedoch zwischen zwei unterschiedlichen Belastungsformen unterschieden werden. Bei überkritischen Belastungen kommt es zum Sprödbruch. Die hierfür notwendigen Kräfte sind aber nur in absoluten Ausnahmefällen (extreme Parafunktionen, Traumata) erreichbar. So sind für das Versagen von vollkeramischen Versorgungsen weniger überkritische als vielmehr mehrere unterkritische Belastungen verantwortlich. Diese kommen durch Kaubelastungen, korrosive intraorale Bedingungen oder Gefügefehler zustande und führen zu Rissen in der Keramik. Bei fortlaufendem Risswachstum kommt es schließlich zum Versagen der Keramik [55, 56]. Hier

kommt die Phasentransformationsfestigung ins Spiel. Die tetragonalen Polymorphe werden – bedingt durch die Löslichkeit von Oxiden im Zirkoniumdioxid – stabilisiert. Somit wird das Risswachstum zwar nicht gestoppt, aber verzögert. Das Konzept der Phasentransformationsfestigung sorgt daher mittels zweier Mechanismen für eine gewisse Schadenstoleranz [54, 57, 58].

Zum einen kommt es durch eine spontane t/m-Umwandlung von Zirkoniumdioxid in der Umgebung zu Mikrorissen, an denen sich ein Riss entweder verläuft, oder der Riss wird an einem Zirkoniumdioxidteilchen abgelenkt. Die spontane Umwandlung kann auch an oder nahe von freien Oberflächen durch hydrostatischen Druck vonstattengehen, so dass komprimierte Oberflächenschichten entstehen. Zum anderen kann eine spontane t/m-Umwandlung auch durch Zugspannungen bedingt auftreten. Durch das größere Volumen der Teilchen in der monoklinen Phase entstehen lokale Druckspannungen. Das Zusammendrücken an den Rissflanken erschwert dabei die Ausbreitung des Risses [21, 22, 59].

2.1.3.3 Mechanische Eigenschaften

In vivo sind prothetische Versorgungen hohen und vielseitigen Beanspruchungen ausgesetzt. So müssen sie beim Kauvorgang sowohl Druck-, Zug-, Schub- als auch Torsionsbelastungen standhalten. Gegenüber Druckspannungen sind Keramiken sehr resistent, wohingegen sie gegenüber Zug- und Scherspannungen sehr empfindlich sind. Denn Druckspannungen schließen beginnende Risse, während Zug- und Scherbelastungen die Rissflanken noch weiter öffnen und somit zu einer Vertiefung der Risse führen.

Physiologisch sollte vollkeramischer Zahnersatz daher eine Druckspannung erfahren. Die (Biege-) Bruchfestigkeit (S) eines keramischen Werkstoffes wird daher als Zugbelastung ermittelt. Neben Biegebruchfestigkeit spielt auch die Risszähigkeit eine entscheidende Rolle. Die Risszähigkeit stellt den Widerstand dar, den eine Keramik einer Kraft nach einem initialen Riss entgegen setzen kann, bis es zum Sprödbbruch kommt [36, 60, 61, 62]. Zirkonoxidkeramiken können dabei Biegefestigkeiten von bis zu 1300 MPa erreichen [21, 63, 64].

Keramiken können schon bei relativ niedrigen Belastungen frakturieren. Um die dadurch bedingte asymmetrische Verteilung der Festigkeitswerte zu erklären, entwickelte Weibull im Jahre 1937 ein statistisches Verfahren. Bei der entsprechenden Analyse werden sowohl die Weibull-Festigkeit σ_0 als auch das Weibull-Modul m bestimmt. Die Weibull-Festigkeit gibt

Auskunft über die asymmetrische Festigkeitsverteilung, während das Weibull-Modul die Gefügequalität und Homogenität des Werkstoffes beurteilt [44, 62, 65]. Zirkoniumdioxid zeigt seine exzellenten Eigenschaften auch hierbei durch hervorragende Werte – Biegefestigkeit, Risszähigkeit, Weibull-Festigkeit und Weibull-Modul betreffend. Die feinkörnige Gefügestruktur macht möglicherweise ein Weibull-Modul von 6,4 erst möglich. Dadurch kann überhaupt erst mit einer Sintertemperatur von 1350 °C anstatt sonst üblichen 1500 - 1600 °C gearbeitet werden [63, 64, 66, 67, 68].

Um nicht nur mittels Biegefestigkeit, Risszähigkeit und Weibull-Werten Aussagen über die Kurzzeitbelastbarkeit der Keramik Auskunft geben zu können, ist es unerlässlich, auch die Dauerfestigkeit als maximale Dauerbelastung des Werkstoffes Zirkoniumdioxid kurz zu beleuchten. Durch unterkritisches Risswachstum und die korrosiven Bedingungen des Mundmilieus können Ermüdungsprozesse auftreten [55, 56, 69, 70]. Dies kann zum einen bedingt sein durch das Eindringen von Flüssigkeiten in einen Spalt, was eine Ausweitung der Fraktur durch einen nach innen gerichteten Druck provoziert (Rebinder-Effekt) [71]. Zum anderen führt das Zusammenspiel von Zugspannungen und chemischer Degradation zu teil- und interkristallinen Korrosionserscheinungen. Hierdurch wird die für das Fortschreiten des Risses benötigte Energie herabgesetzt (Spannungskorrosionen) [72]. Hydrolysereaktionen des Yttriumoxid mit Wasser destabilisieren die tetragonale Phase des metastabilen ZrO_2 zusätzlich und können für eine Umwandlung in die monokline Phase sorgen. Auch die Hydrolysereaktion des Wassers mit Zirkoniumdioxid-Sauerstoff-Verbindungen wird diskutiert. All diese Phänomene sind bei Trockenheit nicht zu beobachten. Der Zusatz von Aluminiumoxid unterdrückt die Umwandlungsreaktion in die monokline Phase, indem es sich an den Korngrenzen abscheidet. Durch das abgeschiedene Al_2O_3 soll das Eindringen von Wasser – durch die Bildung von Aluminiumhydroxid – und somit die Hydrolysereaktion mit Yttrium verhindert werden [51, 73, 74, 75].

2.1.3.4 Verarbeitung von Zirkoniumdioxidkeramik

Zirkoniumdioxid kann derzeit in drei verschiedenen Grundzuständen mittels industrieller CAD/CAM-Fertigung formgebend bearbeitet werden. Der Sintervorgang kann dabei vor oder nach dem Fräsen vollendet werden.

So können mit kleineren Verfahrensunterschieden, vor allem bezüglich des Zeitpunktes der endgültigen Fertigstellung, entweder

- vorgesinterte Zirkoniumdioxid Grünkörper,
- vorgesinterte Zirkoniumdioxid Weißkörper,
- oder dichtgesintertes Zirkoniumdioxid verarbeitet werden.

2.1.3.4.1 Bearbeitung von Grünkörpern

Unter Grünkörpern versteht man nicht thermisch verfestigte Presskörper mit kreideartiger Konsistenz. Sie besitzen eine sehr hohe Primärdichte [24, 76]. Die aus oxidkeramischem Ausgangspulver gepressten Rohlinge überzeugen durch einen geringen Material- und Zeitaufwand beim Herausschleifen des Formkörpers. Zudem muss bei dieser Art in der Regel wenig am fertigen Gerüst nachgeschliffen werden, was nachgewiesen bei bereits dichtgesinterten Restaurationen zu schlechteren mechanischen Eigenschaften führt. Jedoch lässt es sich aufgrund der extrem hohen Sinterschrumpfung von 25 - 30 % oft nicht vermeiden, dass Passungenauigkeiten im Nachhinein ausgeschliffen werden müssen [59, 77, 78, 79, 80].

2.1.3.4.2 Bearbeitung von Weißkörpern

Weißlinge sind bei ca. 1000 °C unter Druck mit einer Sinterschrumpfung von etwa 5 % vorgesinterte Zirkoniumdioxidrohlinge. Sie weisen einen Verdichtungsgrad von 55 – 70 % auf und sind noch relativ leicht bearbeitbar. Um Passungenauigkeiten zu vermeiden, muss die Sinterschrumpfung von 25 % beim Sinterbrand mit einbezogen werden sowie die Gefahr des Verzugs von großen komplexen Werkstücken [78]. Ein Problem des Sinterns im Labor ist, dass wichtige Werkstoffeigenschaften wie Porosität, Dichte und Korngröße nur schwer kontrollierbar sind [58].

2.1.3.4.3 Bearbeitung von dichtgesintertem Zirkoniumdioxid

Für Systeme für die Hartbearbeitung gibt es dichtgesinterte, bei 1000 bar und 50 °C unter ihrer Sintertemperatur nachverdichtete Rohlinge. Beim sogenannten „HIP-Prozess“ entstehen Y-TZP-

Zirkoniumdioxid-HIP-Keramiken. Diese besitzen maximale Materialdichte, minimale Fehlstellendichte wie auch hervorragende ästhetische und mechanische Eigenschaften. Sie sind bestens für Kurzzeit- sowie Dauerbelastungen geeignet. Die Überlegenheit hinsichtlich der mechanischen Stabilität gegenüber „Nicht-HIP“ liegt bei 20 – 30 % [78, 81]. Eine Nassbearbeitung mit Diamantschleifkörpern ist wie bei den Weißkörpern obligat. Jedoch entstehen bei gehippten Rohlingen durch den hohen Werkzeugverschleiß und Zeitaufwand erhebliche Produktionskosten. Außerdem ist nicht auszuschließen, dass die besseren mechanischen Eigenschaften – durch im Fertigungsprozess an der Werkstoffoberfläche entstehende festigkeitsmindernde Mikrorisse – wieder verschlechtert werden [82 - 84].

2.2 Dentale Zemente

2.2.1 Definition und Entwicklung

Aus chemischer Sicht sind Zemente mineralische Stoffe, die bei Wasseraufnahme an der Luft oder unter Wasser steinartig er härten (lat.: caementum: Mörtel, Bruchstein). Sie sollen im erhärteten Zustand wasserbeständig sein (hydraulische Bindemittel) [21].

Bereits im 19. Jahrhundert wurden die Grundlagen für die heutigen Zemente gelegt. Im Jahre 1856 gab Sorel sein Rezept für den sogenannten „Sorel-Kit“ heraus. Dieser Magnesiumchloridzement war für viele Weitere, wie auch für Rostaig, der 1858 ein „unveränderliches und marmorhartes Zahncäment“ vorstellte, richtungsweisend. So entwickelten sich bis in die 1920er-Jahre drei wesentliche Zementklassen: Zinkphosphat-, Zinkoxid-Eugenol- und Silikatzemente. Mit dem stetig wachsenden Anspruch an die mechanischen Eigenschaften mussten jedoch neue Zemente entwickelt werden. Hierbei traten häufig Probleme mit Pulpaschädigungen durch die enthaltenen Säuren, mangelnde Haftung oder unzureichende Festigkeit auf [21]. Mitte des 20. Jahrhunderts gelang D. C. Smith [85] durch die Entwicklung des Carboxylatzements, sowie A. D. Wilson und Mitarbeiter durch die Erfindung des Glasionomerezements, ein Durchbruch [86, 87].

Um ästhetische Anforderungen an den Zahnersatz leichter befriedigen zu können, wurde die adhäsive Befestigung von indirekten Versorgungen mit Keramik- oder Kunststoffinlays und Keramikveneers notwendig. Auf der Suche nach geeigneten Zementen sorgte Bowen mit seinen Bestrebungen 1956 für eine Revolution, indem er neue Kompositmaterialien entwickelte [88].

Obwohl viele glaskeramische Restaurationen einer adhäsiven Befestigung zwingend bedürfen, bleibt eine konventionelle Zementierung gerade bei subgingivalen Präparationsgrenzen das Mittel der Wahl. Dabei werden z. B. gerade bei Zirkoniumdioxidversorgungen gerne weiterentwickelte Glasionomerzemente verwendet [21, 22, 31].

2.2.2 Anforderungen und Normen

Moderne Zemente sollten höchsten Anforderungen in Bezug auf Ästhetik und Pulpaverträglichkeit entsprechen. Des Weiteren sind aus zahnmedizinischer Sicht ein einfaches Handling, eine geringe Techniksensitivität sowie eine kostengünstige Anschaffung und gute Lagerfähigkeit von Interesse.

Für den Erfolg einer Zementierung sind bestimmte chemische und physikalische Eigenschaften eines Zementes von großer Bedeutung. So sollte er beim Verarbeiten eine geringe Abbinde- und Polymerisationsschrumpfung aufweisen sowie auf Dauer geringe Wasseraufnahme und Wasser- wie auch Speichellöslichkeit zeigen. Hohe Abrasions-, Biege- und Druckfestigkeit sind ebenso wichtig wie ein entsprechendes Elastizitätsmodul und eine geeignete Viskosität.

Zusammenfassend müssen Zemente bestimmte klinische Anforderungsprofile erfüllen. Je nach Art der Restauration müssen sie einen chemischen Verbund mit der Zahnhartsubstanz eingehen, mit Bondingsystemen kombinierbar sein, eine gute Mundbeständigkeit, Röntgenopazität und eventuell Fluoridabgabe besitzen. Um diese Profile und die Ingredienzien zu standardisieren, existieren bestimmte Normen, wie z. B. die DIN EN ISO 9917-1:2008-01 Zahnheilkunde – Wasserhärtende Zemente – Teil 1: Zemente, die beim Vermischen von Pulver und Flüssigkeit über eine Säure-Base-Reaktion abbinden [21, 31, 89].

2.2.3 Glasionomerzement

2.2.3.1 Charakteristika

Glasionomerzemente (GIZ) lassen sich nach ihrer chemischen Zusammensetzung in konventionelle (wassermischbare und metallmodifizierte) sowie kunststoffmodifizierte Glasionomerzemente unterteilen. Sie können je nach Darreichungsform als Pulver-Flüssigkeitsgemisch, als mit Wasser anmischbares Pulver oder als Paste-Paste-Präparat

vorliegen. In dieser Arbeit wird mit dem Ketac™ Cem Aplicap™ - System (3M ESPE, Seefeld, D) ein Glasionomer-Befestigungszement verwendet.

Typischerweise bestehen Glasionomerzemente aus einem Glaspulver aus Calcium-Aluminium-Silikatglas, welches durch das Schmelzen von Quarz und Aluminiumoxid entsteht. Die Flüssigkeit enthält stets eine Polycarbonsäure (vgl. Tab. 2-4).

Pulver	Masse%
SiO ₂	25 - 35
Al ₂ O ₃	14 - 20
AlPO ₄	10 - 17
CaF ₂	13 - 34
NaF	0 - 4
Na ₃ AlF ₆	5 - 19
AlF ₃	2 - 5
Flüssigkeit	
Polycarbonsäure	40 - 50
Weinsäure	5 - 10
H ₂ O	ad 100

Tab. 2-4: Zusammensetzung Glasionomerzemente [21]

Durch die Zusammensetzung des Glases werden die Eigenschaften des Zements bestimmt. Während Aluminiumoxid die Abbindezeit verkürzt, die Druckfestigkeit erhöht sowie zusammen mit Calciumfluorid zu gesteigerter Opazität führt, verstärkt Siliziumoxid die Transluzenz. Der Gesamtfluoridgehalt von mehr als 20 Massen% bewirkt eine kariesprotektive Wirkung und verbessert die Verarbeitung des Pulver-Flüssigkeitsgemisches. Strontium-, Barium- und Lanthansalze sorgen für eine gute Röntgenopazität. Die nach dem Tempern bei 400 – 600 °C entstandenen Korngrößenfraktionen des Pulvers betragen < 20 µm und sorgen zusammen mit einer hohen Aluminium-/Silikaträte für eine hohe Festigkeit und verkürzte Verarbeitungszeit (ca. 10 min) [21, 31, 90, 91].

Ketac™ Cem ist als Glasionomer-Befestigungszement durch seine guten Biokompatibilitäts-, Filmstärke-, Hypersensibilitäts-, Dimensionsstabilitäts-, Haftungs-, Löslichkeits-, Randdichte-, Korngrößen- und Festigkeitswerte zur konventionellen Befestigung vollkeramischer Brücken geeignet [92-96].

2.2.3.2 Abbindereaktion

Um die Abbindereaktion zu starten, müssen Pulver und Flüssigkeit vermischt werden. Dies kann entweder per Hand auf einer gekühlten Glasplatte mit abgewogenen Mengen der beiden Komponenten und einem Spatel erfolgen oder beim Kapselsystem mittels eines Anmischgerätes. Sind das Zementpulver und die wässrige Lösung der Polycarbonsäure vermischt, kommt es zwischen dem basischen Glaspulver und der ungesättigten Säure zu einer Säure-Base-Reaktion [90, 97, 98]. Dabei kann die Härtereaktion der Glasionomorzemente in drei Phasen unterteilt werden (Abb. 2-2).

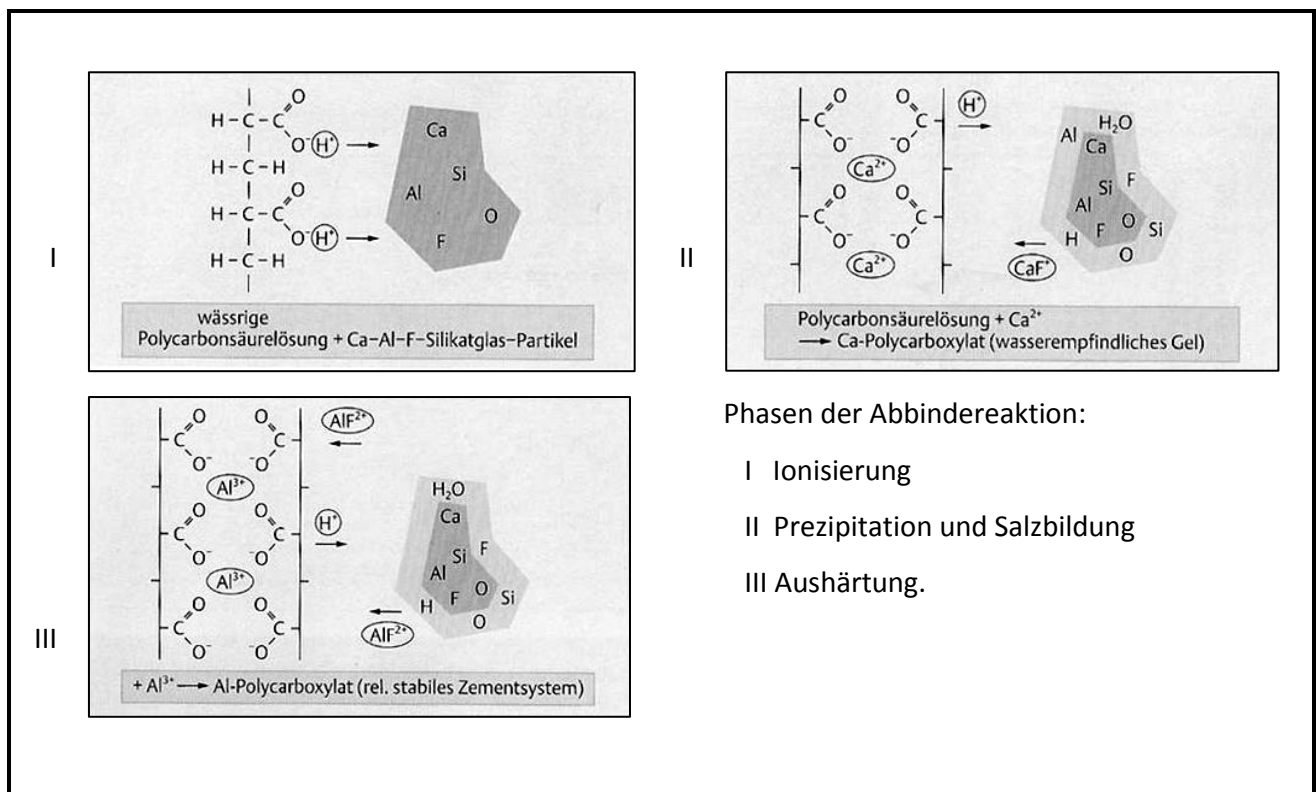


Abb. 2-2: Phasen der Abbindereaktion von Glasionomorzementen [21, 99]

In der ersten Phase, der Ionisierung, dissoziieren die in der Polycarbonsäure vorhandenen Carbonsäuregruppen in negativ geladene Carboxylationen RCOO^- und positiv geladene Protonen H^+ . Diese positiv geladenen Wasserstoffionen H^+ greifen die oberflächlichen Schichten der Glaspartikel an.

Das Al-Si-Netzwerk zerfällt und die Al^{3+} , Ca^{2+} , Na^+ , F^- und PO_4^- werden aus dem Glas freigesetzt. Anschließend wandern in der zweiten Phase, der Präzipitation und Salzbildung, die Metallionen nun in die wässrige Phase des Zements. Es beginnt die primäre Härtingsphase mit der Bildung eines Salzgels. Die freigesetzten Metallionen M^{x+} werden über die Carboxylatfunktionen der

Polysäuren komplexiert. Während Calciumcarboxylat in der Glasmatrix dominiert, entstehen als Reaktionsprodukte aus der flüssigen Phase auch noch CaF_2 und Kationenkomplexe [100]. Die Ionen liegen in wässriger Lösung vor und reagieren hier empfindlich auf den Angriff von wässrigen Lösungen. Dies ist der Grund, warum der Glasionomierzement in der ersten Aushärtephase vor Feuchtigkeit geschützt werden muss. Aber auch der umgekehrte Fall, die Austrocknung ist schädlich, was sich sehr leicht durch den Ablauf der Reaktion in wässrigem Milieu erklären lässt. Tritt Wasserverlust ein, kann keine Hydratation mehr stattfinden, die zur Abbindereaktion benötigten Ionen stehen nur noch eingeschränkt zur Verfügung [21, 31, 92].

Im Stadium der Aushärtung, dem dritten und letzten Teil der Reaktion, findet ein fortdauernder Angriff von Protonen auf das Silikatglas statt, es werden Aluminiumionen Al^{3+} ausgelöst [101]. Durch die Einlagerung dieser dreifach positiv geladenen Aluminiumionen wird die sekundäre Härtungsreaktion eingeleitet. In die bereits vorgeformte Matrix können die Al^{3+} -Ionen eingelagert werden, und es bildet sich ein wasserunlösliches dreidimensionales Aluminiumpolycarboxylat aus. Nun stellen Feuchtigkeit oder Wasserverlust kein Problem mehr dar.

2.2.3.3 Beeinflussung des Abbindemechanismus

Es gibt viele chemische und physikalische Faktoren, die Einfluss auf die Abbindecharakteristik der Glasionomierzemente haben können. Einige Faktoren wie Temperatur, Partikelgröße des Pulvers und Pulver-/Flüssigkeitsverhältnis können lediglich die Reaktionen beschleunigen bzw. verlangsamen. Andere, vor allem bestimmte chemische Einflüsse (Fluorid und Weinsäure), sind jedoch in der Lage, die Reaktionen selbst zu modifizieren. Während Wilson und Kent bei der Entwicklung von Glasionomierzementen nur beobachten konnten, dass Gläser ohne Fluorid unbrauchbare, schwer zu verarbeitende Pasten lieferten, zeigte sich später, dass die Verarbeitungseigenschaften mit der von der Glasmatrix abgegebenen Fluoridmenge korrelieren. Eine entsprechend hohe Abgabe von Fluoriden bewirkt eine ausreichende Verarbeitungszeit. Dies kann mit der Fähigkeit der Fluoride, mit Metallen Komplexe zu bilden, erklärt werden. So verzögert sich die Bindung der Kationen (Ca^{2+} , Al^{3+}) an die negativ geladenen Stellen der Polyelektrolytkette, wodurch die Gelation hinausgezögert wird [86, 89, 99]. Bereits kleine Mengen Weinsäure vereinfachen die Handhabung der Zementpaste und erhöhen die Festigkeit des Materials. Weinsäure bildet mit Aluminiumionen feste Komplexe, wodurch mehr Aluminium

aus den Gläsern ausgelöst wird. Außerdem trägt sie zu einer Beschleunigung der abschließenden Aushärtereaktion bei [21, 31, 99].

2.2.3.4 Adhäsionsmechanismus

Glasionomerzemente können grundsätzlich chemisch am Zahnschmelz haften (vgl. Abb. 2-3 + 2-4). Diese Eigenschaft beruht auf der Reaktion, die zwischen den COO^- -Ionen der Polycarbonsäureketten des frischen Zements mit dem Hydroxylapatit des Zahnes stattfindet.

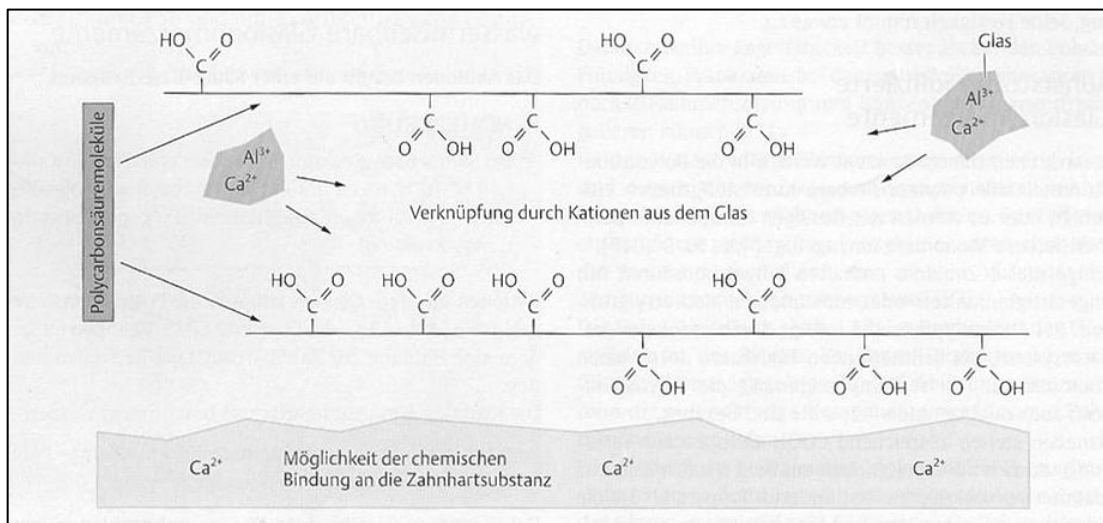


Abb. 2-3: Reaktion beim Abbinden von Glasionomerzement [21]

Dabei verdrängen die Polycarbonsäuremoleküle die PO_4^{3-} - und Ca^{2+} -Ionen zu einer Intermediärschicht aus Calcium- und Aluminium-Phosphat und Aluminium-Polycarboxylat. Diese Schicht lässt sich rasterelektronenmikroskopisch nachweisen [99]. Dieser Effekt ist nicht nur auf dem Schmelz gegeben, sondern betrifft auch jede Oberfläche, die polyvalente Metallionen besitzt.

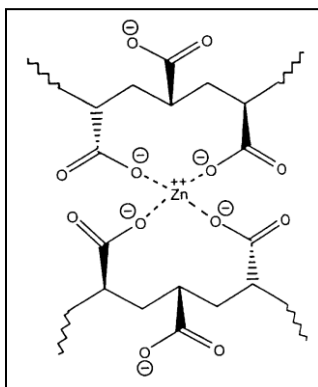


Abb. 2-4: Schematische Darstellung der Chelat-Struktur [102]

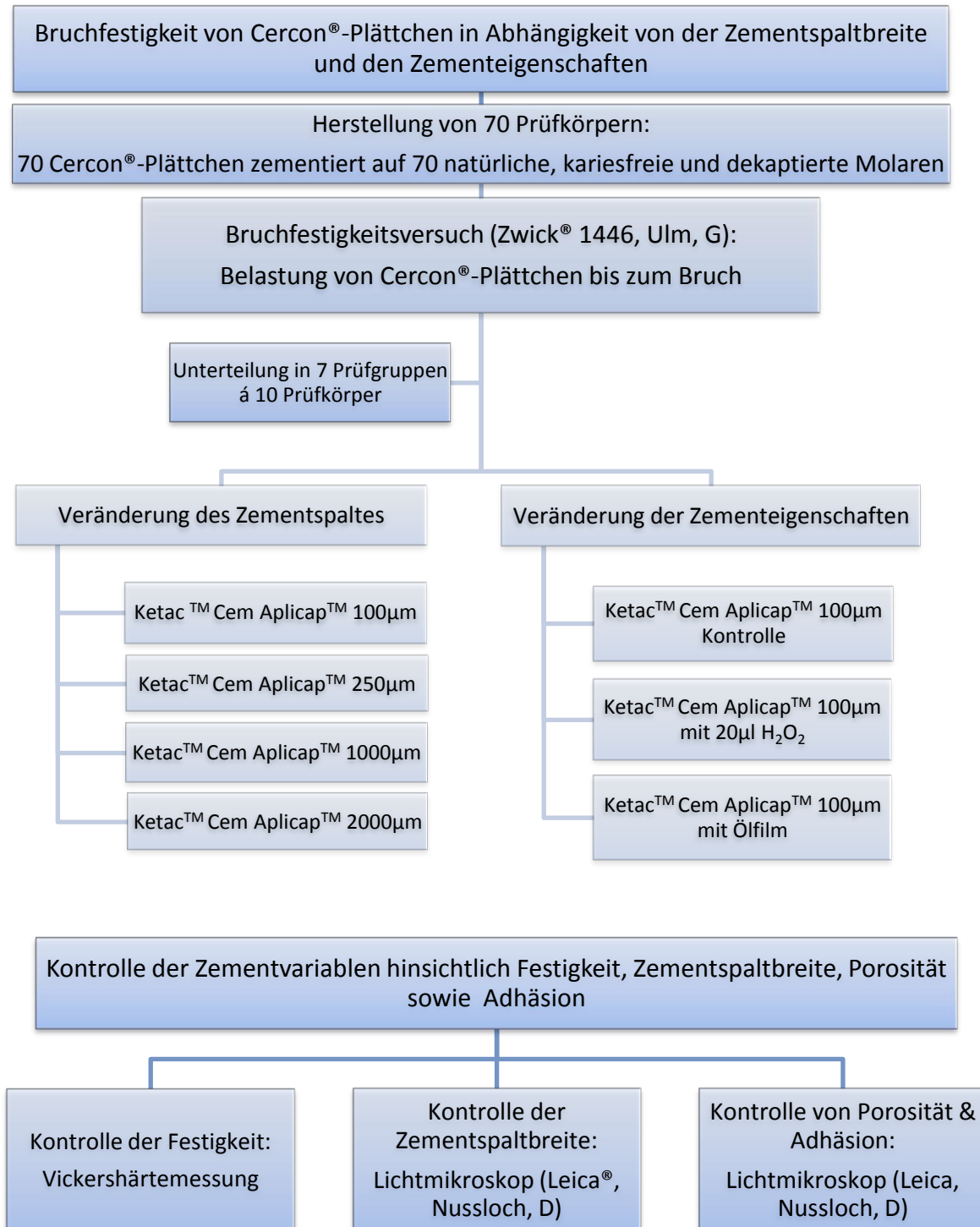
Die Intensität der Haftungskräfte wird beeinflusst durch die Art der Polycarbonsäure. Bei Polyacrylsäure ist die Haftung z. B. stärker als bei Copolymeren aus Acrylsäure mit Malein- oder Itaconitsäure. Zwischen den Ketten und den Kationen liegen Chelatformationen und Ionenbindungen vor [99, 103, 104].

3. Aufgabenstellung

Die Auswirkungen von verschiedenen Zementschichtstärken auf die Bruchfestigkeit von Keramik wurde bisher nur für glaskeramische Massen untersucht (siehe 1.). Deswegen war es das Ziel dieser Studie, die Bruchfestigkeit von Zirkoniumdioxid-Keramik in Abhängigkeit von variierenden Zementspaltbreiten zu untersuchen. Auch sollten verschlechterte Zementqualitäten simuliert werden. Das besondere Augenmerk sollte dabei auf die möglichen Fehlerquellen beim Eingliedern von Zirkoniumdioxid gelegt werden. Dazu wurde in dieser Arbeit die Bruchfestigkeit von Cercon®-Zirkoniumdioxid-Plättchen in Abhängigkeit von Zementspaltwerten von 100, 250, 1000 und 2000 μm sowie von reduzierten Zementeigenschaften, wie minimierter Festigkeit, erhöhter Porosität und geringerer Adhäsion, beurteilt.

4. Material und Methode

4.1 Übersicht



4.2 Prüfgruppen

Zur Beurteilung der Bruchfestigkeit der Cercon®-Plättchen wurden die Prüfgruppen unterteilt nach der jeweils am Ketac™ Cem Aplicap™ vorgenommenen Zementveränderung (Tab. 4-1):

- a) Zementspalt von 100 µm, 250 µm, 1000 µm und 2000 µm
- b) Veränderung der Zementeigenschaften mit 20 µl H₂O₂ oder Ölfilm und eine Kontrollserie (bei der je gleichen Zementspaltgröße von 100 µm).

Serie	Zementspalt	Zugabe von	Zementeigenschaften verändert
Ketac Cem 100µm	100 µm	-/-	-/-
Ketac Cem 250µm	250 µm	-/-	-/-
Ketac Cem 1000µm	1000 µm	-/-	-/-
Ketac Cem 2000µm	2000 µm	-/-	-/-
Ketac Cem 100µm Kontrolle	100 µm	-/-	-/-
Ketac Cem mit Ölfilm	100 µm	Ölfilm auf Zahn	Adhäsion
Ketac Cem mit 20µl H₂O₂	100 µm	20 µl H ₂ O ₂ zu Ketac Cem	Festigkeit und Porosität

Tab. 4-1: Übersicht über die Prüfgruppen und ihre Zementveränderungen

Zur übersichtlicheren Darstellung wurden Ketac Cem 100 µm und Ketac Cem 100 µm Kontrolle in einer 20 Prüfkörper umfassenden Serie zusammengekommen. Alle Serien wurden nach dem Zementieren für 48 Std. in destilliertem Wasser gelagert, um eine optimale Durchhärtung des Zements zu erreichen.

Um sowohl die Zementschichtstärken als auch die weiteren Zementveränderungen zu validieren, wurden Kontrolluntersuchungen durchgeführt:

- a) Vickershärte-Werte zur Festigkeitsprüfung von Ketac Cem mit und ohne 20 µl H₂O₂,
- b) Lichtmikroskopische Aufnahmen zur Zementspaltbreitenmessung von 100 µm, 250 µm, 1000 µm und 2000 µm,
- c) Lichtmikroskopische Aufnahmen zur Untersuchung der Oberflächen- und Zementstruktur bei Ketac Cem, Ketac Cem mit 20 µl H₂O₂ und Ketac Cem mit Ölfilm.

4.3 Herstellung der Cercon®-Prüfplättchen

Insgesamt wurden ca. 100 planparallele Zirkonoxidplättchen aus Cercon® base-Rohlingen (DeguDent, Haunau, D) hergestellt. Zunächst wurden die Rohlinge dafür zu Stücken mit ca. 15 mm Höhe, 19,5 mm Breite und 25 mm Länge (bzw. 17 mm Kantenlänge) getrimmt. Die verwendeten Rohlinge (Farbe: rosa) bestehen aus 93 Gewichts-% Zirkoniumdioxid, 5 Gewichts-% Yttriumoxid, > 2 Gewichts-% Hafniumoxid, > 1 Gewichts-% Aluminiumoxid und Silikonoxiden.

Um aus diesen Blöcken Scheiben schneiden zu können, mussten sie auf Sockeltellern für die Innen-Loch-Säge Leica® SP 1600 (Nussloch, D) befestigt werden (Abb. 4-1). Dazu wurden die getrimmten Blöcke mit einem dünnen Mantel aus Knetsilikon (Fifty-Fifty, Klasse 4 GmbH, Augsburg, D) umgeben, bevor sie auf den, mit einem Ring aus Einbettfließ ummantelten, Sockeltellern mit Palapress Vario® (Heraeus Kulzer, Hanau, D) fixiert wurden.

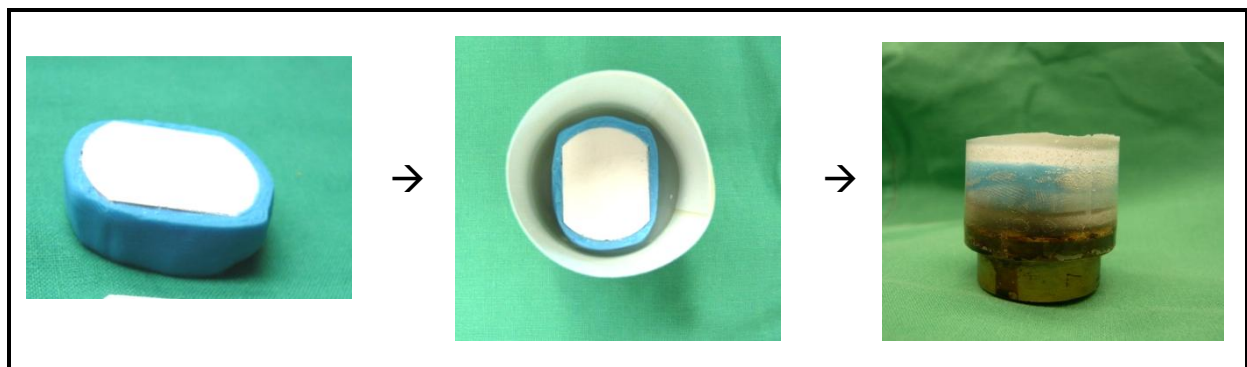


Abb. 4-1: Sockeln der Cercon-Blöcke

So präpariert wurden die Modellteller mit den Cerconblöcken in den Führungsarm der Leica®-Säge eingespannt (Abb. 4-2).

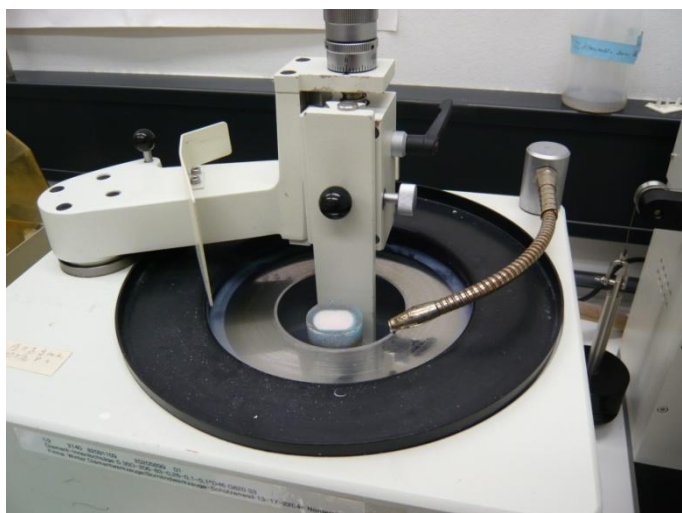


Abb. 4-2: Sägen der Cercon-Plättchen mit Leica® SP 1600

Die Säge arbeitet nach dem Prinzip einer Innen-Loch-Säge. Ein schwenkbarer Arm fährt mit definierter Geschwindigkeit in frei wählbarer Höhe auf den inneren diamantierten Rand eines in einer Trommel rotierenden Sägeblattes zu. So kann ein gleichmäßiger, waagrechter Schnitt vollzogen werden. Die Schnittgeschwindigkeit ist wählbar. Um mit möglichst wenig Druck zu arbeiten, wurden sowohl die Geschwindigkeit der Säge maximal auf Vorschub-Stufe 8 eingestellt als auch Blöcke nicht höher als 15 mm verwendet. Bei höheren Geschwindigkeiten oder größeren Blöcken wäre die Gefahr von ungünstigem oder zu großem Druck erhöht, so dass Unebenheiten, wie Fräskanten und auch Minirisse entstehen könnten.

Die so entstandenen Scheiben aus Kunststoff, Knetsilikon und Zirkoniumdioxid wurden mit dem Trimmgerät (RECO GMT 5330, Ritter, Karlsruhe, D) geglättet, bevor die Prüfplättchen gesintert wurden. Zum Sintern wurden die glatten Cercon®-Plättchen aus ihrer Einbettung gelöst und flach, mit ausreichendem Abstand zueinander, in den Sinterofen „Cercon® heat“ gelegt (Abb. 4-3). So sollte jeglicher Verzug der Plättchen vermieden werden.



Abb. 4-3: Cercon® heat

Der Sintervorgang dauerte 7 Stunden bei einer Temperatur von 1350 °C und sorgte für eine Sinterschrumpfung von ca. 25 - 30 %. Die Cercon® Prüf-Plättchen wiesen nach ihrer Fertigstellung eine ca. Dicke von 0,69 mm – 0,70 mm, eine Länge von 19,50 mm - 19,65 mm (13,00 mm – 13,22 mm Kantenlänge) und eine Breite von 15,00 mm - 15,15 mm auf.

4.4 Herstellung der Prüfkörper

4.4.1 Zahnauswahl

Für die Versuchsreihen wurden 70 karies- und füllungsfreie Molaren mit einem Durchmesser von ca. 9 - 10 mm verwendet. Nach der Extraktion wurden die Zähne für weniger als sechs Wochen in 0,5 %-iger Chloramin-Lösung gelagert. Vorhandene Desmodontalresiduen und Konkreme, sowie Zahnstein wurden mit Scaling- und Rootplaninginstrumenten, sowie mit einem Sandstrahlgerät mit einer Körnung von 50 μm Al_2O_3 bei einem Druck von 0,2 MPa entfernt.

Die Einteilung der ausgewählten Molaren in Versuchsgruppen erfolgte streng nach dem Zufallsprinzip.

4.4.2 Präparation der Zähne

Zur Präparation der Zähne mussten die gesäuberten Molaren erst auf den Modelltellern der Leica®-Säge gesockelt werden. Zu diesem Zweck wurden sie von den Zahnwurzeln bis ca. zur Schmelz/Zement-Grenze in eine schmale Schicht Knetsilikon „Fifty-Fifty“ (Klasse 4 GmbH, Augsburg, D) eingebettet. Der so teilweise von Silikon umschlossene Zahn wurde dann mittels des farblosen Kaltpolymerisatkunststoffes „Palapress vario®“ (Heraeus Kulzer, Hanau, D) auf für die Leica®-Säge geeignete Tellerchen fixiert (Abb. 4-4). Dabei umschloss der Kunststoffmantel das Knetsilikon so, dass der Zahn fest fixiert war, aber sich trotzdem nach dem Sägen aus der Silikonummantelung lösen ließ.



Abb. 4-4: Sockeln der Molaren für das Sägen

Durch die Verwendung von an Größe und Form ähnlichen Zähnen konnten die entstandenen Kunststoffformen immer wieder verwendet werden.

Die auf den Modelltellern fixierten Zähne wurden in den Fixationsarm der Niedergeschwindigkeitsdiamantsäge (Leica® SP 1600, Nussloch, D) eingespannt. Es wurde ca. auf Höhe des anatomischen Äquators senkrecht zur Zahnachse ein gerader, waagrechter und planer Schnitt durchgeführt (vgl. Abb. 4-5). Die Vorschubgeschwindigkeit betrug nicht mehr als Stufe 8, um keine Unebenheiten durch Sägeschwingungen in die Schnittflächen einzuarbeiten. Überstände und Unebenheiten wurden in einem zweiten Schritt nach dem Sägen mit der Scheibe der Poliermaschine (GMT 5330, Ritter, Karlsruhe, D) entfernt. Dabei blieben die Zähne zum besseren Handling noch im Sockel fixiert.

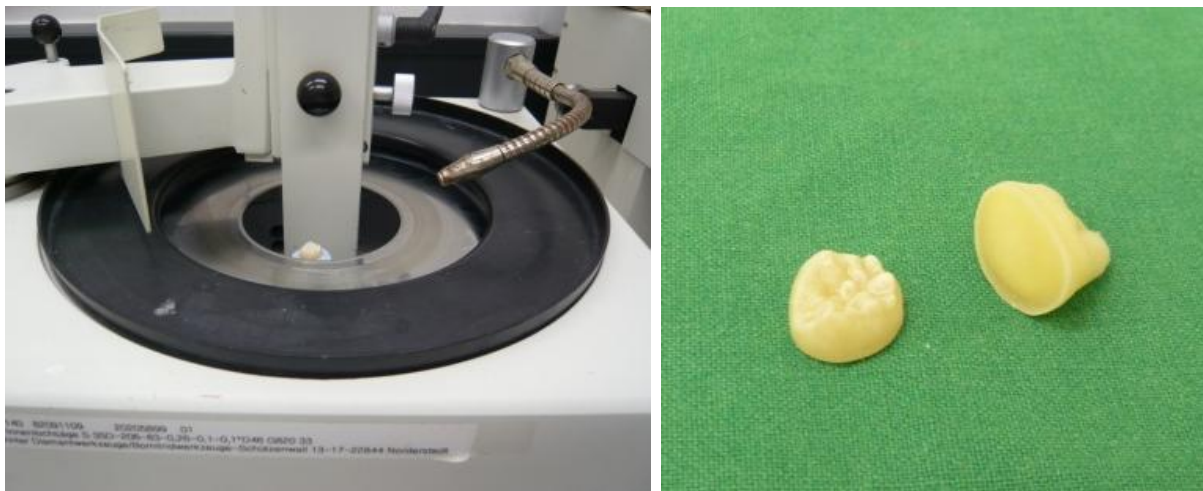


Abb. 4-5: Dekaptieren der Zähne

Durch das Dekaptieren der Zähne entstand ein möglichst großes Dentinplateau. Dieses Planum durfte weder Füllungsreste, noch kariöse Stellen, Schmelzlamellen oder Eröffnungen des Pulpencavums aufweisen. Die aus dem Sockel gelösten Zähne wurden auf Zahn- und Dentindurchmesser hin vermessen und zusammen mit dem okklusalen Anteil der Krone bis zur weiteren Verarbeitung in Wasser gelagert. Der Durchmesser der entstandenen Schnittflächen der Molaren betrug im Mittel ca. 10,5 mm – 11,5 mm.

4.4.3 Sockeln der Zähne

Ziel des Sockelns der Zähne war es, die entstandene Schnittfläche der Molaren in waagrechter Position zu fixieren, um später eine möglichst optimale Zementierung des Prüfplättchens auf der einen und eine senkrechte Belastung beim Bruchversuch auf der anderen Seite zu erreichen.

Dazu wurden zylindrische Edelstahltöpfe mit einer Dimension von 5 cm auf 3 cm (Innenmaße: 4 cm auf 2,5 cm) bis zum oberen Drittel mit einer Silikonknetmasse (Giroform®-putt, Amann Girrbach, Koblach, A) befüllt. In dieses Knetsilikon positionierte man den Zahn mit seiner planen Fläche parallel zur Horizontalen so, dass der Rand des Metalltopfes mit der Schmelz/Zement-Grenze zusammen abschloss und der Zahn mit dem unteren Wurzeldrittel in der Masse aus Silikon fixiert war (Abb. 4-6).

Der dekaptierte Molar wurde fixiert, indem man auf das Knetsilikon in die Metalltöpfe eine dünne Schicht (etwa 2 mm) flüssiges Palapress Vario® (Heraeus Kulzer, Hanau, D) gab. Der Kunststoff wurde im Drucktopf (Polymax1®, Dreve Dentamid, Unna, D) unter zwei bar Druck 20 Minuten lang polymerisiert.

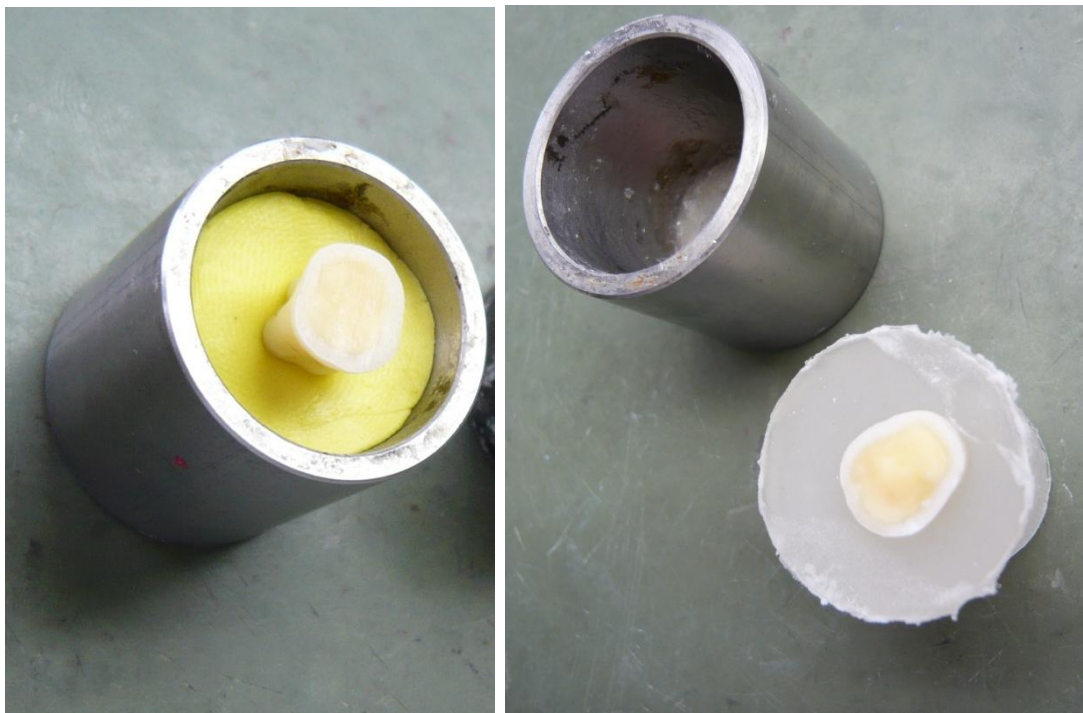


Abb. 4-6: Sockeln der dekaptierten Molaren

Anschließend löste man vorsichtig die dünne Kunststoffschicht mit dem darin fixierten Zahn aus dem Metalltopf. Daraufhin wurde das gesamte Knetsilikon entfernt und sowohl die dünne Kunststoffschicht als auch die Wurzeloberfläche mit dem Sandstrahler gesäubert und angeraut. Dann wurde der Metalltopf mit Palapress Vario® aufgefüllt und die fixierte Situation mit dem präparierten Molaren darauf gesockelt. Nach dem Aushärten des Kunststoffes (20 min) lag der Prüfkörper fertig gesockelt vor. Es erfolgte somit eine starre Lagerung des Prüfkörpers.

4.5 Zementieren der Cercon®-Plättchen

4.5.1 Verarbeitung des Zements

Um konstante und somit vergleichbare Zementeigenschaften zu erreichen, wurde der Glasionomer-Befestigungszement Ketac™ Cem Aplicap™ (3M ESPE, Seefeld, D) verwendet. Der Vorteil dieses Systems liegt darin, dass es ein Kapsel-System ist. Somit besitzt bei allen Zementiervorgängen der Zement ein identisches Pulver/Flüssigkeits-Verhältnis von 3,8 : 1. Beim Anmischen wurden nach der Aktivierung der Kapsel das Pulver und die Flüssigkeit automatisch durch das CapMix™ Kapselmischgerät (3M ESPE, Seefeld, D) und dadurch bedingt extrem homogen für 15 Sek. vermischt.

Mit der Intention, die Zementeigenschaften zu verändern und mögliche Fehler in der klinischen Anwendung zu untersuchen, wurde die Qualität der Zementierung bewusst deutlich verschlechtert.

- a) Eine Serie sollte mit einem Glasionomerzement mit höherer Porosität und erniedrigter Festigkeit getestet werden. Um mögliche Fehler beim Anmischen zu simulieren, wurden exakt 20µl H₂O₂ in die Flüssigkeitskammer der Kapsel pipettiert, bevor die Membran zwischen der Pulver- und der Flüssigkeitskammer durchtrennt wurde. Der Anmischvorgang im Kapselmischgerät (CapMix™, 3M ESPE, Seefeld, D) erfolgte ab der Aktivierung der Kapsel analog dem normalen Procedere.
- b) Bei einer weiteren Serie sollten die Adhäsionskräfte zwischen dem Glasionomerzement und der Zahnoberfläche herabgesetzt werden. Um eine mögliche Kontamination des Stumpfes zu simulieren, z. B. mit Hand- und Winkelstückpflegeöl aus dem Winkelstück, wurde vor dem Zementieren ein Tropfen Öl aus dem KaVo Pflegespray (KaVo, Leutkirch, D) auf die Zahnoberfläche der präparierten Fläche gegeben und 10 Sek. mit Druckluft verblasen. Das Anmisch- und Zementierprocedere erfolgten analog den Serien mit unverändertem Glasionomerzement.

4.5.2 Einstellen des Zementspaltes

Das Einstellen eines möglichst immer gleichen Zementspaltes war für die Studie von entscheidender Bedeutung. Um dies zu erreichen, musste eine Apparatur gefunden und

entwickelt werden, die es ermöglichte, den Abstand zwischen dem Cercon®-Prüfplättchen und der Zahnfläche exakt und reproduzierbar zu definieren. Zum Erzielen der gewünschten Zementspalte wurde daher das Fräsgerät Degussa F1 (Degussa, Hanau, D) verwendet.

Das Fräsgerät Degussa F1 (Degussa, Hanau, D) ist eine Fräseinheit zum Parallelfäsen und zum Tiefenanschlagbohren. Es hat einen äußerst präzisen Absenk- und Arretierungsmechanismus für seinen Tiefenanschlag. Die Höhe des Tiefenanschlages kann in exakten Schritten von weniger als 50 µm mit der Tiefenanschlagsschraube festgelegt werden. Damit konnte der Zementspalt zwischen Prüfkörper und Cercon-Plättchen genau in den gewünschten Dicken von 100 µm, 250 µm, 1000 µm und 2000 µm definiert werden (Abb. 4-7). Für die Prüfgruppen mit 20 µl H₂O₂ und mit Ölfilm wurde 100 µm als Standardzementspaltmaß herangezogen, da dieser Wert in jüngeren Studien immer wieder aufgetaucht ist.

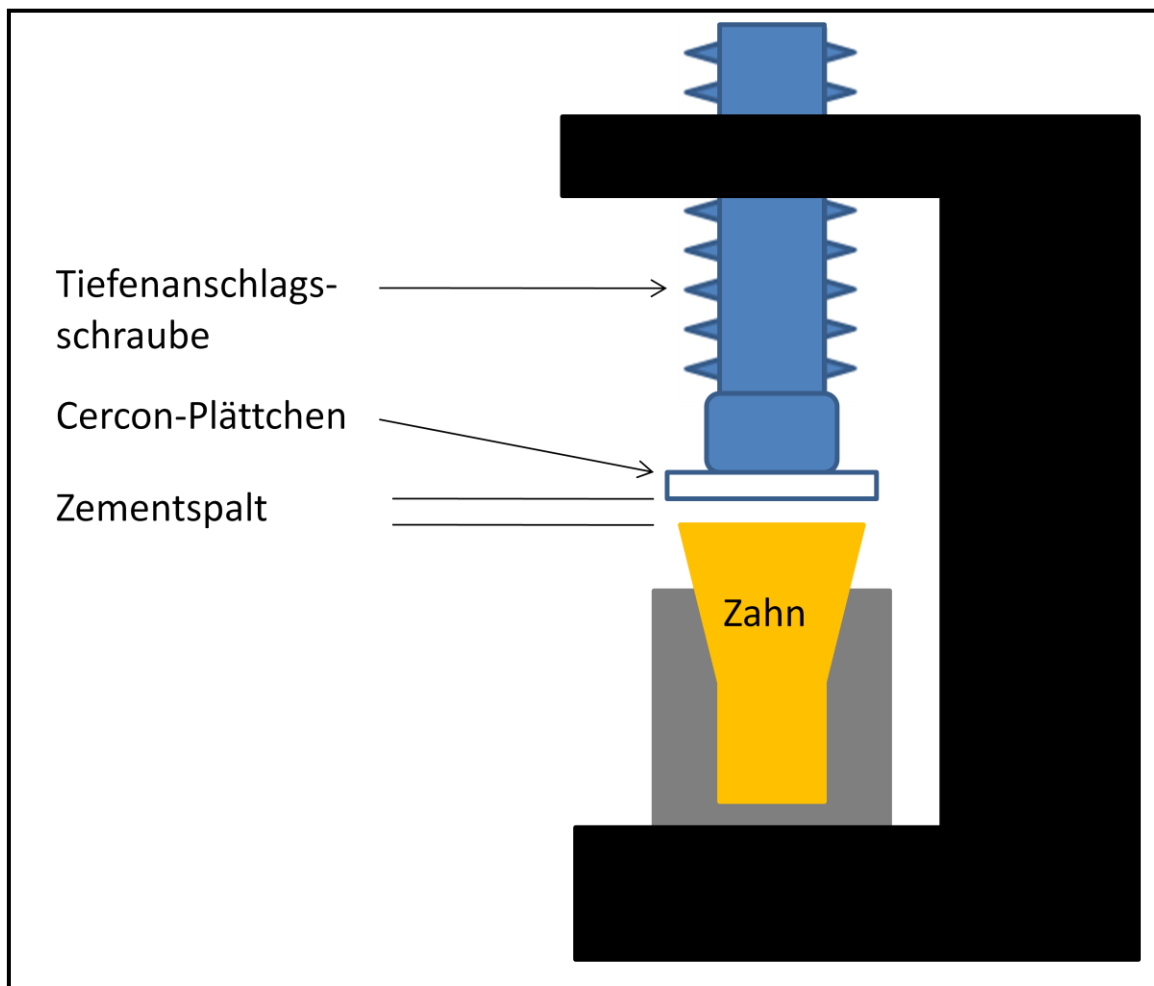


Abb. 4-7: Prinzip zur Einstellung des exakten Zementspaltes mit dem Fräsgerät Degussa F1 (Degussa, Hanau, D)

Um an jeder Stelle zwischen Zahn und Plättchen einen gleich großen Zementspalt zu bekommen, mussten die Zahnfläche des Prüfkörpers und das Cercon®-Prüfplättchen parallel zueinander ausgerichtet werden. Zum einen wurde der Prüfkörper auf dem Modelltisch F1 (Degussa, Hanau, D) des Fräsgerätes in eine selbstgebaute Halterung aus Artikulationsgips eingespannt. Zum anderen wurde das Cercon®-Plättchen mit doppelseitigem Klebeband (tesa® Doppelband, Beiersdorf, Hamburg, D) an einem Prüfstempel befestigt (vgl. Abb. 4-8). Dieser Prüfstempel wurde in die Bohrerhalterung der Degussa F1 eingespannt. Nachdem Prüfkörper und Cercon®-Prüfplättchen in der Apparatur fixiert waren, konnten sie durch Einstellen des Modelltisches zueinander in Parallelität gebracht und der Tiefenanschlag in dieser Position arretiert werden.

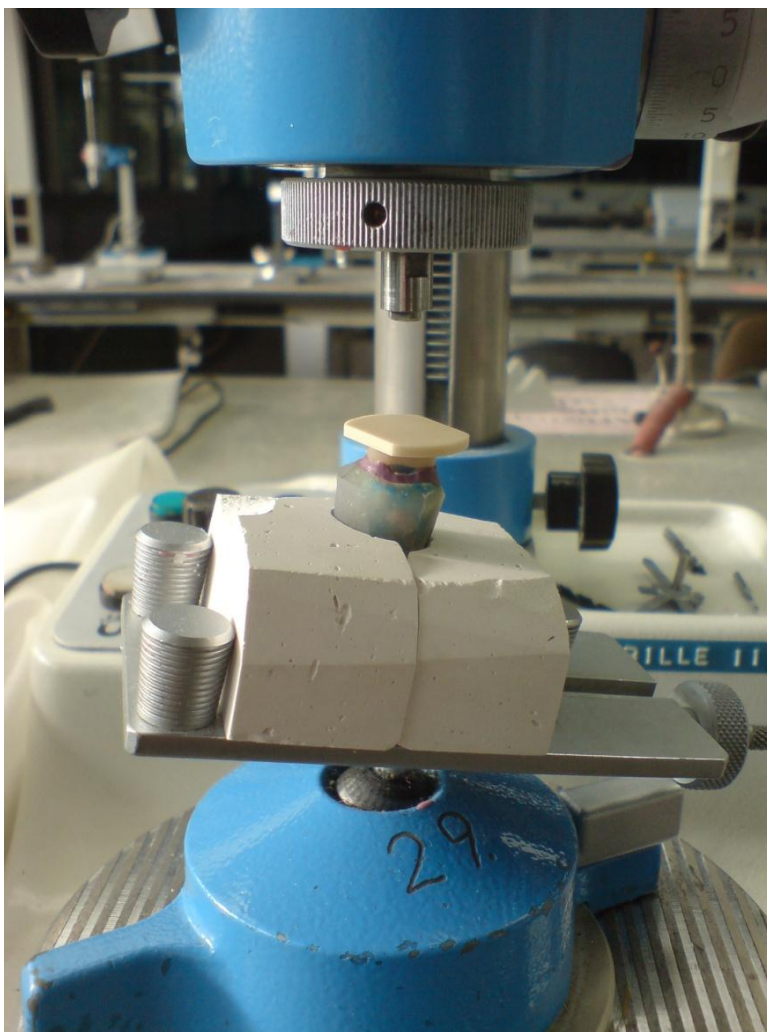


Abb. 4-8: Zementierapparatur

Durch Höerschrauben des Tiefenanschlages konnte so mittels der Zementierapparatur der Zementspalt präzise und immer wieder reproduzierbar für jeden Prüfkörper eingestellt werden. Nachdem jeweils alle Einstellungen des Zementspaltes und Veränderungen der Zement-eigenschaften vorgenommen waren, wurde dann das Cercon®-Plättchen auf den Zahn

zementiert. Dazu wurde der Zement auf den Zahn aufgebracht und das Plättchen mit der Bohrvorrichtung bis zum eingestellten Anschlag abgesenkt. Der Zementiervorgang erfolgte bei Raumtemperatur. Anschließend wurde der Tiefenanschlag bis zur vollständigen Abbindung des Zements (ab Mischbeginn 7 min.) arretiert, bevor die Überschüsse im geschlossenen Zementiermechanismus vom Prüfkörper entfernt werden konnten. Plättchen und Zahnoberfläche wurden, wenn nicht absichtlich mit Öl benetzt, vor dem Zementieren mit Alkohol gereinigt. Eine halbe Stunde nach dem Zementieren wurden die Plättchen bis zum Bruchtest bei 37 °C in destilliertem Wasser gelagert.

4.6 Kontrolluntersuchungen

Für die Studie war es von höchster Wichtigkeit, die erreichten Zementspalte und weitere Zementveränderung exakt zu kennen. Sonst wäre eine wertende und vergleichende Aussage zu den Ergebnissen der Bruchtests nicht möglich gewesen. Zu diesem Zweck wurden sowohl die Festigkeit des Glasionomerezements KetacTM Cem AplicapTM (3M ESPE, Seefeld, D) als auch das Zementspaltmaß gemessen. Zudem wurden seine Oberflächen- und Zementstruktur beurteilt.

4.6.1 Vickers Härteprüfverfahren

Die Vickershärte wurde sowohl für KetacTM Cem AplicapTM (3M ESPE, Seefeld, D) im, in der Kapsel vorgesehen, Standard Pulver/Flüssigkeits-Mischungsverhältnis von 3,8 : 1 als auch für KetacTM Cem AplicapTM mit 20 µl H₂O₂ gemessen. Für dieses Verfahren wurden je fünf Probekörper (d = 7 mm, H = 1,7 mm) von jedem Mischungsverhältnis hergestellt und anschließend bei 23 °C Raumtemperatur für 24 h trocken gelagert. Der Eindruck wurde gemessen und die Vickershärte errechnet.

Bei der Herstellung der Probekörper lieferten aus Doublersilikon (Deguform, Degudent GmbH, Hanau-Wolfgang, D) angefertigte Hohlformen die Vorlagen für die Scheiben. Die mit dem Glasionomerezement befüllten Formen wurden zum Erzielen einer glatten Oberfläche bis zum Ende der Abbindezeit mit einer Polyacetatfolie bedeckt. Nach dem Aushärten wurden die Probekörper der Form entnommen, 24 Stunden bei Raumtemperatur trocken gelagert und falls nötig mit einem Schleifpapier der Körnung 1000 (Hager & Werken, Pforzheim, D) nachgearbeitet.

Zur Versuchsdurchführung wurde das Zwick-Härteprüfgerät B3212001 der Firma Zwick (Ulm, D) verwendet. Die Vickers Härteprüfung ist ein statisches Verfahren, d. h. die Belastung wird *langsam* bis zum Höchstwert gesteigert oder schnell, jedoch stoßfrei, aufgebracht und konstant gehalten (vgl. Abb. 4-9). Der Eindringkörper ist ein Diamant in Form einer Pyramide mit quadratischer Grundfläche und mit einem festgelegten Winkel von 136° zwischen den gegenüberliegenden Flächen.

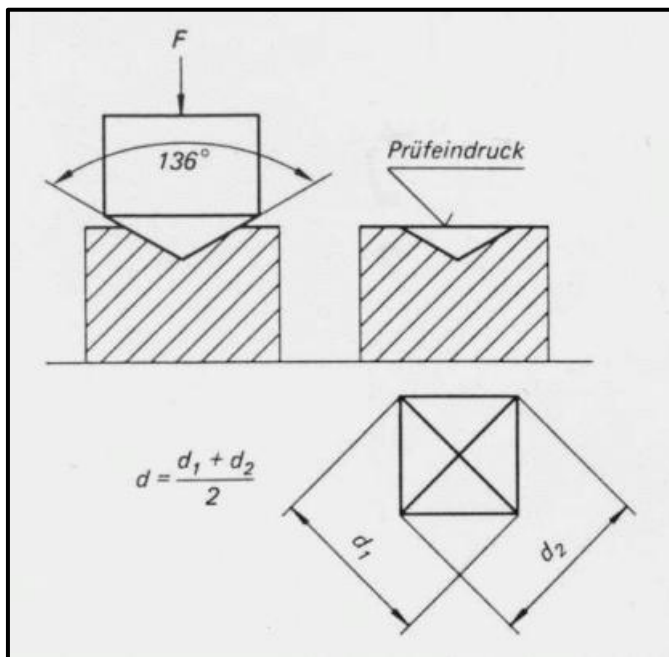


Abb. 4-9: Vickers Härtemessung [105]

Die Pyramide wird mit einer Kraft F (N) in die Probe eingedrückt und für 1 Minute gehalten. Die Testung von KetacTM Cem AplicapTM erfolgte mit einer Prüfkraft von 1,2 kg. Die Probe muss eine Oberflächenbearbeitung aufweisen, die eine exakte Messung der Eindruckdiagonale gestattet, d.h. die Oberfläche muss glatt, eben, frei von Schmutz, Fremdkörpern und Fett sein. Im Folgenden können die Eindruckdiagonalen (d_1 und d_2) mittels eines eingebauten Okulars an insgesamt 3 Stellen eines jeden Probekörpers gemessen werden. Ihr Mittelwert (d) dient zur Errechnung der Vickershärte. Die im Okular sichtbaren Messlinien haben einen festen Abstand zueinander (Skalenwert a), wobei ein Abstand variabel ist (Skalenkonstante b). Das Produkt der Anzahl der ganzen Messlinienabstände und dem Skalenwert a , addiert mit dem Produkt aus Zahlenwert der Skala und der Skalenkonstante b , ergibt die Diagonale $d_{1,2}$. Dabei sollte der Objektivabstand zur Probe stets 1,8 mm betragen. Da Skalenwert a und Skalenkonstante b von der gewählten Gesamtvergrößerung abhängen und diese immer mit 200x (Objektiv-Vergrößerung 20x) gewählt wurde, ergab sich für Skalenwert $a = 0,05$ mm und für Skalenkonstante $b = 0,001$ mm.

Die Berechnung der Vickershärte (HV) erfolgte mit folgender Formel:

$$HV = \frac{0,102 F}{d^2/2\cos 22} = \frac{1,189 F}{d^2}$$

F = Prüfkraft; d = Länge der Diagonale des quadratischen Eindringkörpers

Es gilt also: Je kleiner der Eindruck desto größer die Härte. Abhängig ist die gemessene Härte von der Kraftanstiegsgeschwindigkeit, der Belastungsdauer und der Prüfkraft.

4.6.2 Lichtmikroskopische Analyse

Die Vermessung des Zementspaltes und die qualitative Analyse der Zementstruktur erfolgten optisch. Dazu wurde ein Lichtmikroskop mit einer bis zu 32-fachen Vergrößerung verwendet (Leica, Nussloch, D). Mit der Kamera Leica EC 3 (Leica, Nussloch, D) wurden die angefertigten Probekörper bei 18-facher Vergrößerung fotografiert.

Die Verarbeitung der Bilder des Mikroskops wurde digital mittels der Software Leica Application Suite EZ 1.6.0 (Leica Microsystems, Wetzlar, D) vorgenommen. Die gewählte Auflösung betrug 1024 x 768 dpi. Während die Aufnahmen zur Analyse der Zementstruktur ohne weitere Maßnahmen gespeichert werden konnten, wurde bei den Zementspaltbildern jeweils vor dem Abspeichern manuell ein Referenzbalken der entsprechenden Zementspaltbreite eingefügt. Dieser Balken diente als Referenz für die Berechnung der Zementschichtstärken.

Eine Nachbearbeitung zur Steigerung der Bildqualität erfolgte mit der Bildbearbeitungssoftware Adobe Photoshop CS 4 (Adobe Systems Incorporated, San Jose, USA). Die Aufnahmen wurden alle mit einer Erhöhung des Kontrastes um 30 % und einer Reduzierung der Helligkeit um 20 % nachjustiert, um eine gesteigerte Schärfe in der Darstellung zu erreichen. Bei den Bildern zur Analyse der Zementstruktur wurde zur leichteren Beurteilung eine neue Farbgebung durchgeführt. Der ursprüngliche Farbton war beige bis ocker. Um die Kontraste stärker herauszuarbeiten, wurden die Aufnahmen mittels der Farbpalette in der Farbe orange neu eingefärbt.

Die unterschiedlichen Zementspaltbreiten wurden einer digitalen Vermessung mit der Analysesoftware OPTIMAS 6.2 (Stemmer Imaging GmbH, Puchheim, D) unterzogen. Dazu wurden bei einer Bildgröße von 33 % in der Analysefunktion „Line Morphometry“ zunächst der

Referenzbalken und anschließend der Zementspalt gemessen. Durch einen einfachen Dreisatz konnte somit die tatsächliche Zementspaltbreite errechnet werden.

$$\text{Zementspalt} = \frac{\text{Referenzgröße (100, 250, 1000, 2000 } \mu\text{m)} \times \text{gemessene Zementspaltstrecke}}{\text{gemessene Referenzbalkenstrecke}}$$

4.6.2.1 Analyse des Zementspalts

Um den tatsächlich entstandenen Zementspalt nachmessen zu können, musste ein Bild der einzelnen Schichten erzeugt werden. Dazu wurde ein gesockelter Zahn mit der Diamanttrennscheibe in Zahnachsenrichtung angesägt. Auf den so präparierten Zahn wurde anschließend wie bei den Prüfserien zur Bestimmung der Bruchfestigkeit das Cercon®-Prüfplättchen zementiert.

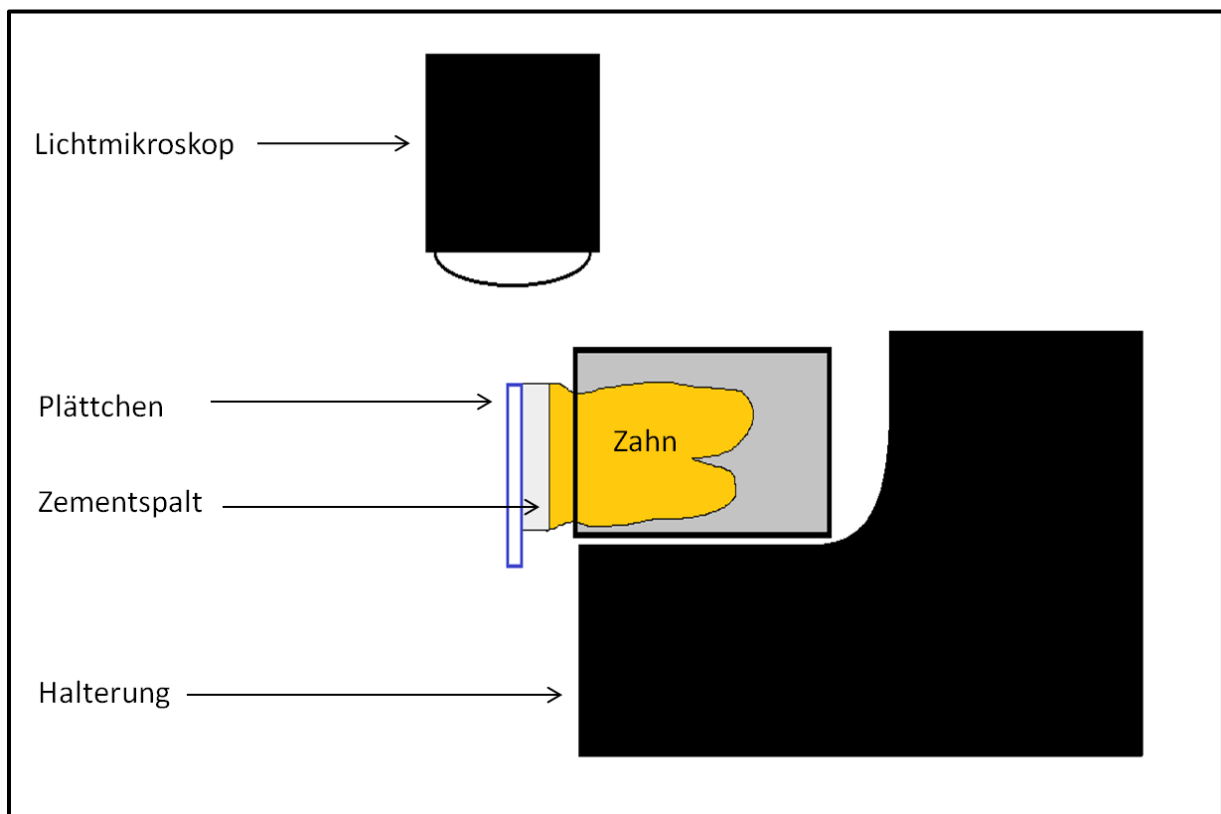


Abb. 4-10: Fotografieranordnung für das Lichtmikroskop

Beim Positionieren der Probekörper musste hierbei darauf geachtet werden, dass beim Zementieren die Schnittkante des Zahnes mit der Außenkante des Plättchens bündig abschloss. Auf diese Weise wurden für jede Zementspaltgröße (100 μm , 250 μm , 1000 μm , 2000 μm) je fünf Zementiervorgänge vorgenommen. Die Zementüberschüsse wurden wie üblich mit dem

Skalpell entfernt. Besondere Sorgfalt war beim Versäubern der Schnittflächen vonnöten, um ein klares Schnittbild zu erhalten.

Für die Vergleichbarkeit der Messungen wurden der gleiche Zahn und das gleiche Plättchen immer wieder verwendet. Denn dadurch konnte auch bei einer leicht verschobenen Ebene des Schnittbildes durch die bekannte Größe des vorher mit einer Schieblehre (Metallwinkel, Mitutoyo, Kawasaki, J) vermessenen Prüfplättchens auf den korrekten Zementspaltwert zurückgerechnet werden.

Um das entstandene Schnittbild senkrecht von oben mit dem Lichtmikroskop fotografieren zu können, musste der Prüfkörper senkrecht zum Lichtstrahl und damit waagrecht zum Lichtstrahl des Mikroskops ausgerichtet werden. Dies erfolgte mittels einer aus dem Knetsilikon „Fifty-Fifty“ (Klasse 4 GmbH, Augsburg, D) angefertigten Halterung, in der der Probekörper fixiert werden konnte (Abb. 4-10).

4.6.2.2 Analyse der Zementstruktur

Die durch den Ölfilm verminderte Adhäsionswirkung des Zements wurde ebenso mit dem digitalen Lichtmikroskop dokumentiert wie auch die verschlechterte Gefügestruktur des mit 20 µl H₂O₂ vermischten Glasionomerzements.

Dafür wurden je fünf Proben der original angemischten KetacTM Cem AplicapTM (3M ESPE, Seefeld, D) wie auch von jeder Zementierveränderung (KetacTM Cem AplicapTM mit 20 µl H₂O₂ und KetacTM Cem AplicapTM mit Ölfilm) zwischen 2 gläserne Mikroskop-Objektträger gegeben.

Um den Einfluss des Ölfilms auf die Adhäsion sichtbar zu machen, wurde dabei ein Tropfen Öl auf den dem Lichtstrahl zugewandten Objektträger gegeben und 10 Sek. mit Druckluft verblasen. Das Anmischen des Glasionomerzements erfolgte ansonsten wie bei den Prüfserien.

Von jeder Probe wurden sechs Aufnahmen mit dem Leica Mikroskop gemacht, die anschließend mit Adobe Photoshop nachbearbeitet wurden. Mit den so geschärften Bildern wurde eine optisch digitale Analyse vorgenommen. Eine qualitative Bewertung erfolgte sowohl hinsichtlich von Fehlstellen (Blasen im Zement) und Porosität bzw. verminderter Festigkeit (Farbänderungen, Bruchkanten) als auch bezüglich der Adhäsion (Ölbläschen, -schlieren).

4.7 Bestimmung der Bruchfestigkeit

Die Bestimmung der Bruchfestigkeit der Cercon-Gerüste wurde mit der Universalprüfmaschine Zwick 1446 (Zwick GmbH, Ulm, D) durchgeführt. Zu diesem Zweck wurden die zementierten Probekörper nach 48 Std. Lagerung in destilliertem Wasser in die vorgesehene Vorrichtung auf dem Objektisch der Prüfmaschine eingespannt. Als Antagonist wurde eine Stahlkugel mit einem Durchmesser von 12 mm verwendet (Abb. 4-11).

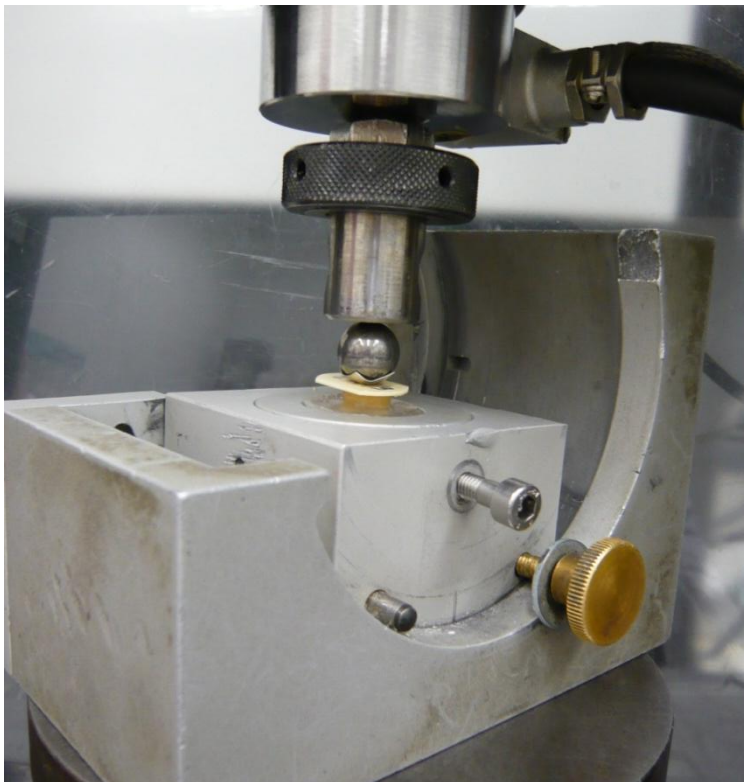


Abb. 4-11: In der Universalprüfmaschine fixierter Prüfkörper

Die Probekörper wurden zentrisch unter dem Stempel der Prüfmaschine und mit der Cercon®-Prüfplättchenoberfläche senkrecht zur Krafrichtung des Stempels angebracht. Somit konnte die Bruchkraft in Richtung der Zahnachse wirken. Mit Hilfe eines Stahlzylinders baute das Prüfgerät mit einer konstanten Vorschubgeschwindigkeit von 1 mm/min kontinuierlich Kraft auf. Dieser Zylinder traf senkrecht von oben kommend auf die Stahlkugel. Um lokale Kraftspitzen zu vermeiden, wurde zwischen das Zirkoniumdioxidplättchen und die Stahlkugel eine 0,3 mm dicke Zinnfolie gelegt. Diese Zinnfolie diente gleichzeitig zur Fixierung der Kugel auf dem Cercon®-Plättchen.

Die Universalprüfmaschine Zwick 1446 (Zwick GmbH, Ulm, D) baute so lange kontinuierlich Kraft auf, bis das Cercon®-Plättchen nachgab und frakturierte. Zur Detektion der Bruchkraft wurde das

Gerät so justiert, dass es die Prüfung bei 10 % Kraftabfall vom Momentanwert abbrach. Zudem wurde der Versuch akustisch überwacht, um eventuelle Schädigungen der Keramik vor dem eigentlichen Bruch aufzuzeichnen. Die Bruchkraft [N] und die Maximalkraft [N] wurden dabei gemessen.

Die Verlaufskurven und Bruchwerte wurden tabellarisch und grafisch gespeichert. Zur statistischen Auswertung wurden nur die Maximalwerte herangezogen.

4.8 Statistische Auswertung

Die Dateneingabe, die statistische Auswertung und die grafische Darstellung der maximalen Bruchkraft wurden mit dem Programm SPSS für Windows (SPSS Version 18.0, Chicago, USA) durchgeführt. Eine Berechnung des Median, sowie 25 % / 75 % Perzentile wurden vorgenommen. Zur Untersuchung statistisch relevanter Unterschiede zwischen den Gruppen wurde der Mann-Whitney-U-Test durchgeführt. Mit diesem parameterfreien Signifikanztest wurden mögliche Unterschiede der Medianen überprüft. Das Signifikanzniveau wurde auf $\alpha = 0,05$ festgelegt [106].

5. Ergebnisse

Zur Bestimmung der Bruchfestigkeiten wurden die zementierten Prüfplättchen nach einer Lagerung von 48 Std. in der Zwick-Universalprüfmaschine bis zum initialen Bruch belastet. Die Auswertung der dabei auftretenden Kräfte in Newton [N] wurde für jede Prüfgruppe als Mediane dargestellt, mit einem Konfidenzintervall von 95 %.

5.1 Kontrollversuche

Zur Überprüfung der Methodik wurden vor der eigentlichen Versuchsdurchführung, den Bruchtests, die erreichten Zementveränderungen nachgemessen. Dazu wurden sowohl die Vickershärte des Glasionomorzements bestimmt, als auch mit dem Lichtmikroskop der beim Zementiervorgang erzielte Zementspalt sowie die veränderten Zementstrukturen beurteilt.

5.1.1 Vickers Härteprüfung

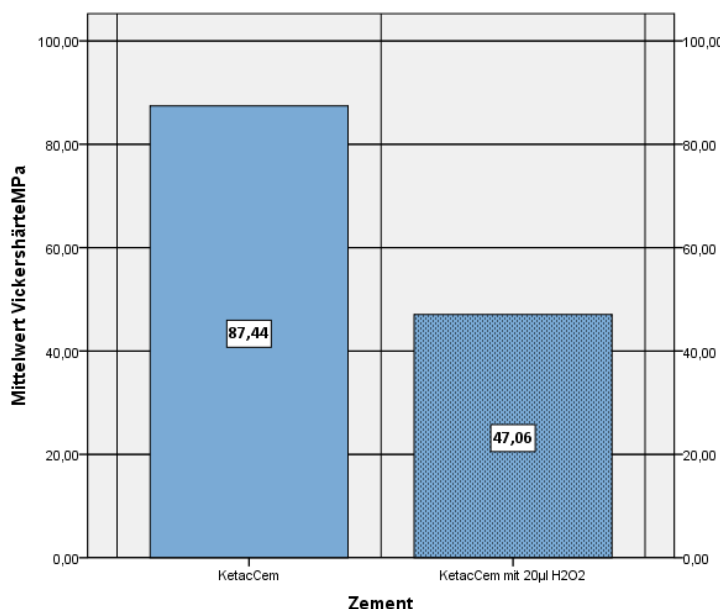


Abb. 5-1: Vickershärte [MPa] von Ketac Cem und Ketac Cem mit 20 µl H₂O₂

Das Verwenden von zusätzlicher Flüssigkeit beim Anmischen eines Zements führt zu einem veränderten Pulver/Flüssigkeitsverhältnis. Durch mehr Flüssigkeit wird die Sättigung der Matrix mit festen Partikeln des Glasionomorzements herabgesetzt, was zu einer Festigkeitsminderung des Zements führt (vgl. Abb. 5-1).

Speziell durch die Zugabe von H_2O_2 kam es nicht nur zu einer festigkeitsmindernden Zunahme an Flüssigkeit im Zement, sondern es entstanden auch zusätzlich noch Blasen. Die Blasen führten zu einer weiteren Verschlechterung der Festigkeitseigenschaften, da an Stellen, an denen Blasen unter der Zementoberfläche vorhanden waren, die Gefügequalität und somit auch die Vickershärte des Ketac™ Cem Aplicap™ (3M™ Espe™, Seefeld, D) zusätzlich reduziert waren. Bei der Durchführung der Vickers Härteprüfung zeigte sich: je dünner die Zementschicht über einer Blase war, desto niedriger war die Härte. So war an manchen Stellen eine Messung gar nicht möglich, da der Stempel sofort einbrach. Die endgültige Messung erfolgte somit nur in ausreichend unterstützten Zementbereichen.

Nach der Zugabe der Flüssigkeit konnte eine drastische Verschlechterung der Festigkeitswerte verzeichnet werden. So wies die Gruppe Ketac Cem mit 20 μl H_2O_2 letztendlich im Mittel nur noch gut die Hälfte (47,06 MPa) der Vickershärte der Serie mit dem nicht veränderten Ketac Cem (87,44 MPa) auf.

5.1.2 Lichtmikroskopische Analyse

5.1.2.1 Analyse des Zementspalts

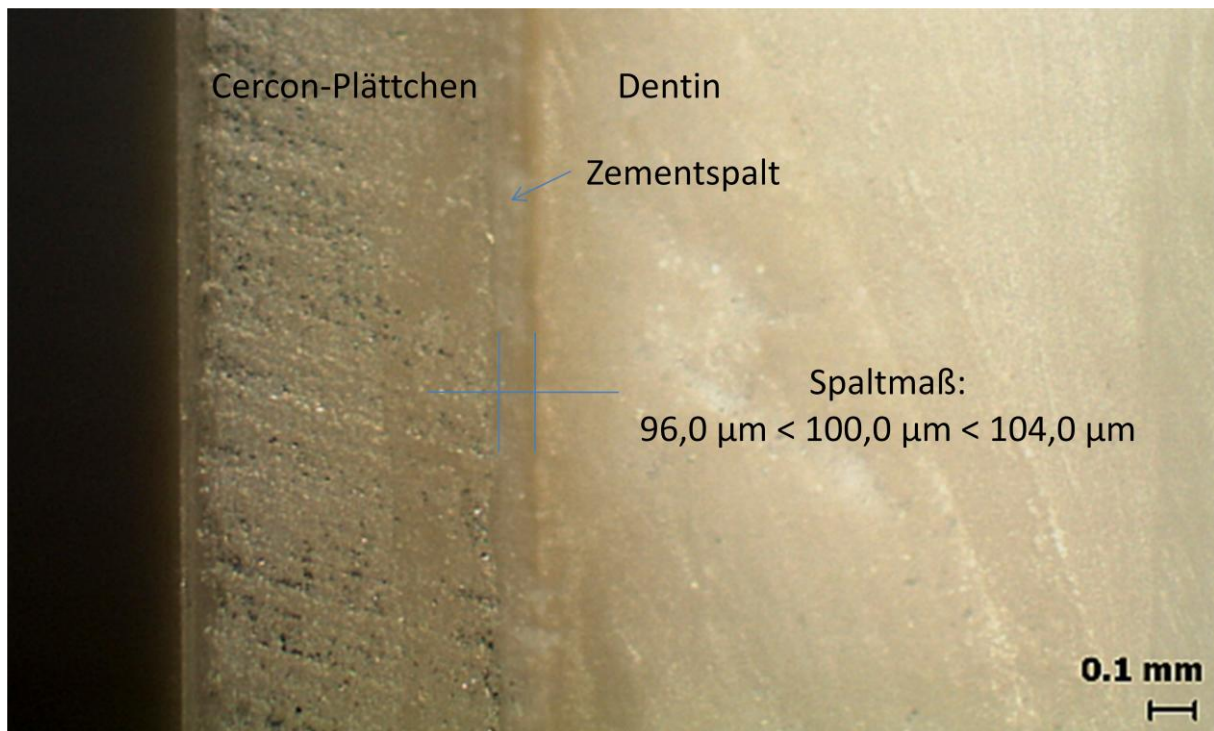


Abb. 5-2: Zementspalt Ketac Cem 100 μm (H : Referenzbalken; vgl. 4.6.2)

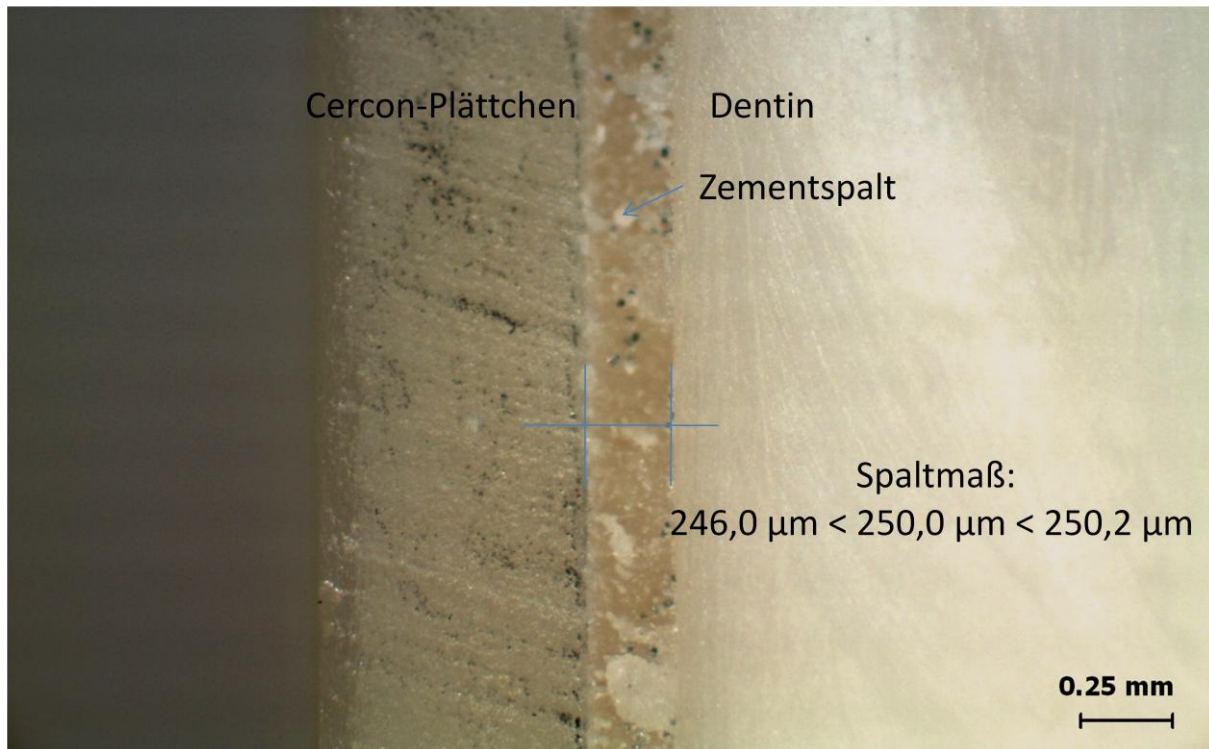


Abb. 5-3: Zementspalt Ketac Cem 250 μm (H : Referenzbalken; vgl. 4.6.2)

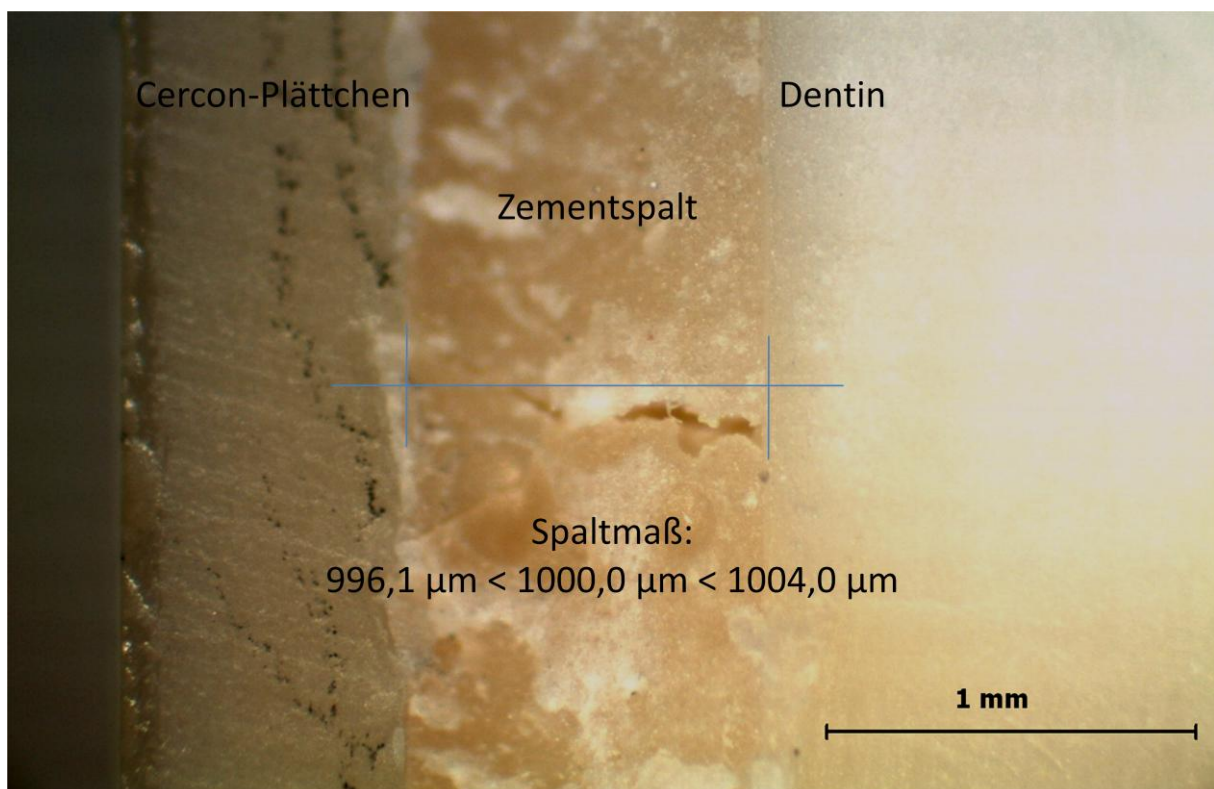


Abb. 5-4: Zementspalt Ketac Cem 1000 μm (H : Referenzbalken; vgl. 4.6.2)

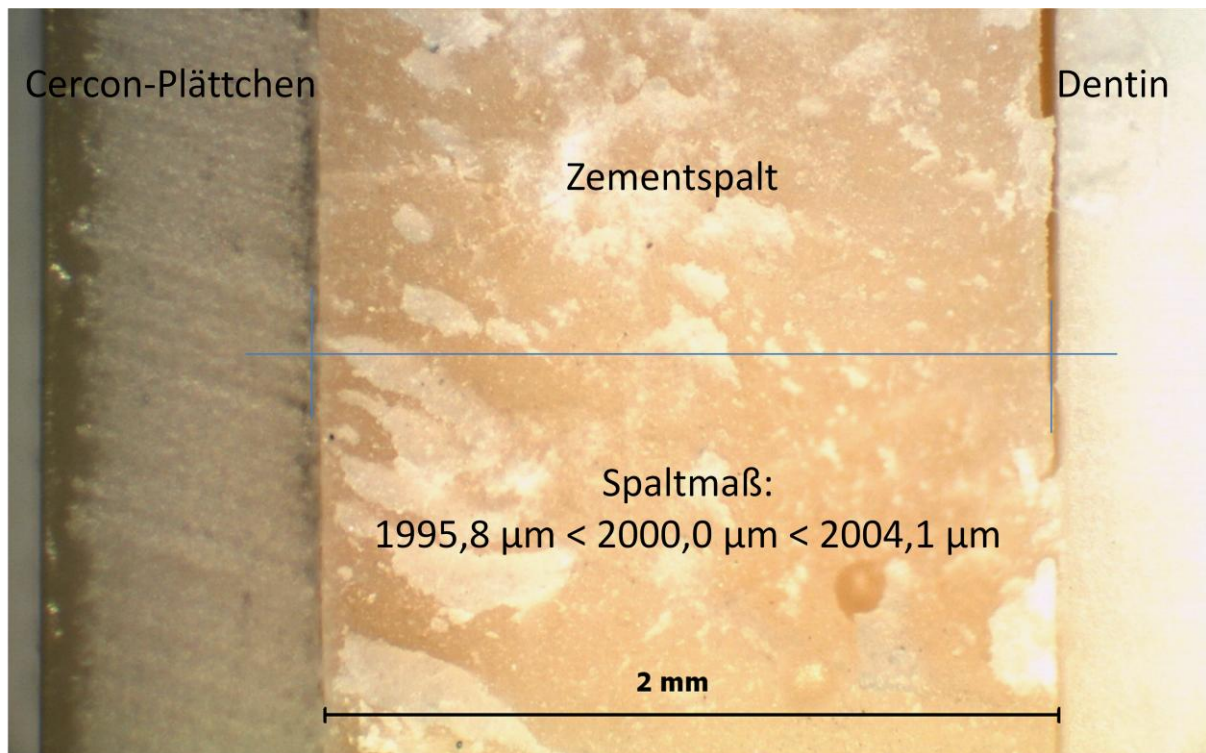


Abb. 5-5: Zementspalt Ketac Cem 2000 µm (H : Referenzbalken; vgl. 4.6.2)

Die Einstellung des Spaltmaßes für den Zementspalt konnte mittels der entwickelten Zementiervorrichtung mit dem Fräsgerät Degussa F1 (Degussa, Hanau, D) einfach im Handling und äußerst präzise umgesetzt werden (Abb. 5-2 – 5-5). Dies war eine wichtige Voraussetzung für die korrekte und aussagekräftige Durchführung der Bruchtests. Bei der Vermessung der erreichten Zementspaltwerte für die einzelnen Gruppen wurden folgende Werte ermittelt:

Ketac Cem 100 µm mit und ohne 20µl H₂O₂, bzw. Ölfilm: 96,0 µm < 100,0 µm < 104,0 µm,

Ketac Cem 250 µm: 246,0 µm < 250,0 µm < 250,2 µm,

Ketac Cem 1000 µm: 996,1 µm < 1000,0 µm < 1004,0 µm und

Ketac Cem 2000 µm: 1995,8 µm < 2000,0 µm < 2004,1 µm.

Dies entspricht einer Abweichung vom geforderten Spaltmaß bei der Zementierung der Cercon®-Prüfplättchen auf die Zahnplateaus der Prüfkörper von weniger als 5 µm.

Unebenheiten oder Risse in den Zementfugen rührten vom nötigen Versäubern des Zementspaltes her, da nur so eine exakte Vermessung möglich war. Auch mussten die Probekörper zur Vermessung trocken sein, was bei Glasionomorzementen unweigerlich zur Rissbildung führt. Mögliche Verzerrungen der Bildebene bei der Fixierung in der Fotografierapparatur (Vergrößerung 18x) konnten durch die Verwendung des immer gleichen Plättchens (Dicke: 0,698 mm) herausgerechnet werden.

5.1.2.2 Analyse der Zementstruktur

Mit dem Lichtmikroskop konnten sowohl Struktur wie Adhäsion des Zements gut beurteilt werden. Durch die Nachbearbeitung mit Adobe Photoshop zur schärferen Darstellung ergab sich eine neue Farbgebung. Dabei zeigten die Zementproben der unveränderten KetacTM Cem AplicapTM eine homogene Oberfläche mit feinen Poren und Bläschen (*) (Abb. 5-6.1).

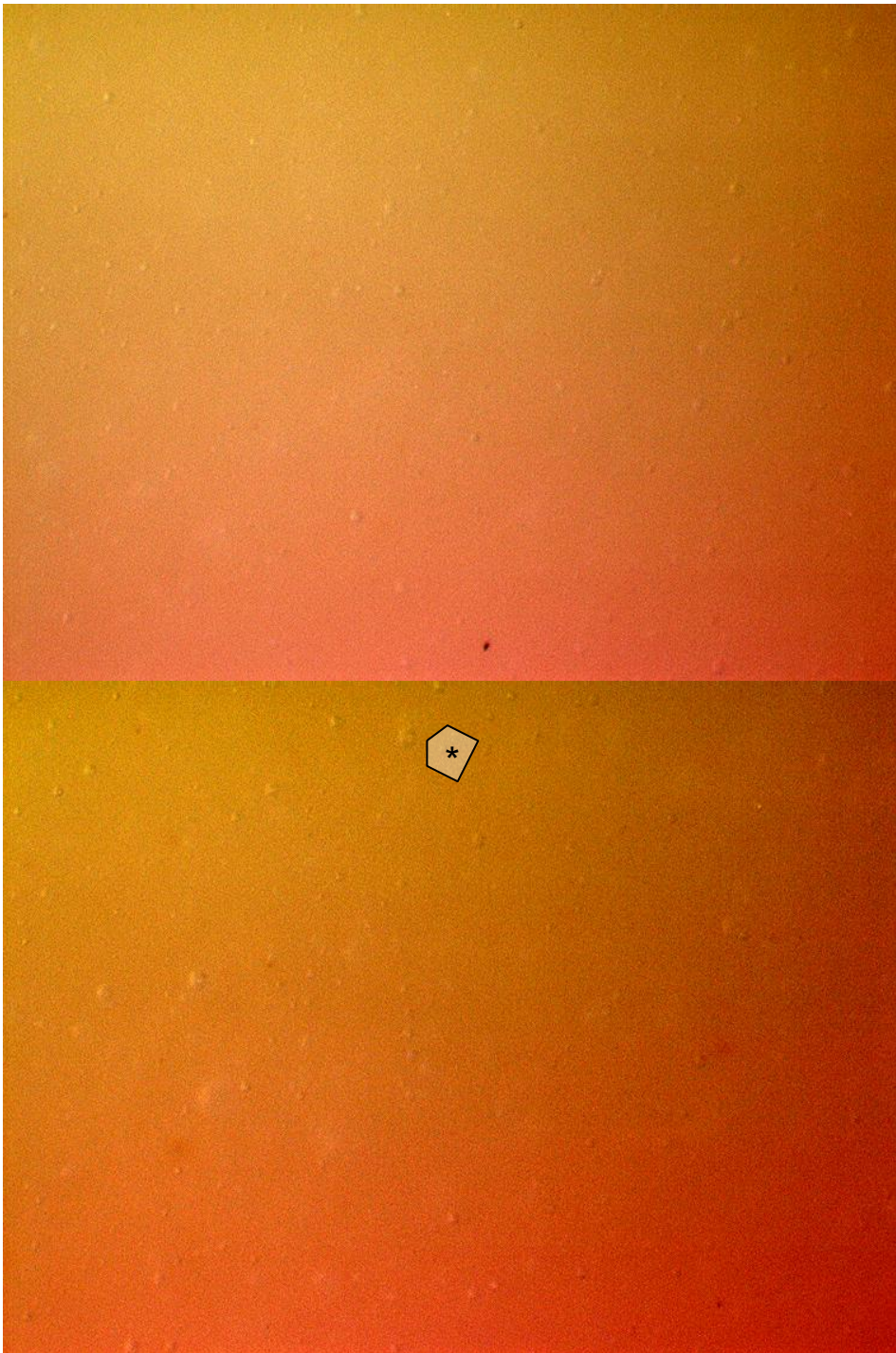


Abb. 5-6.1: Lichtmikroskop KetacTM Cem AplicapTM

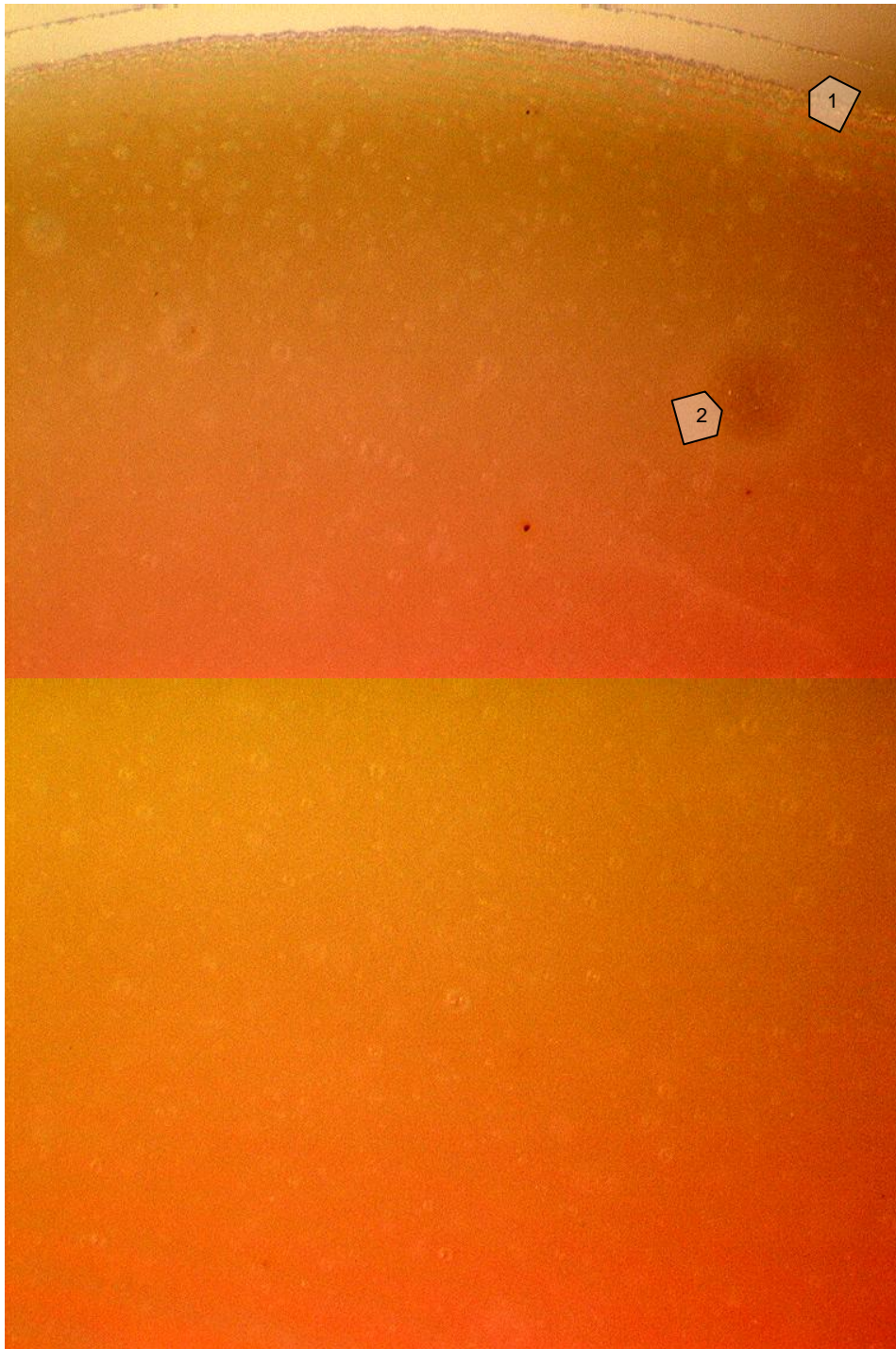


Abb. 5-6.2: Lichtmikroskop Ketac™ Cem Aplicap™

Die exakt anliegende Oberfläche mit ihren feinen Poren ließen ein gutes Adhäsionsvermögen erkennen. Kleine Blasen (2) schränkten die Festigkeit des unveränderten Glasionomer-Befestigungszements nicht ein (Abb. 5-6.2). Auch die Ränder (1) der Zementproben waren gut erkennbar.

Durch die Zugabe von 20 µl H₂O₂ in die Anmischkapsel kam es zur Bildung von großen Blasen (3) und einer helleren Zementoberfläche in blasenfreien Arealen des Zements. Die hellere Farbe entstand durch den höheren Flüssigkeitsanteil und die dadurch bedingte geringere Pulversättigung. Die großen Blasen und die hellere Farbe des veränderten Ketac™ Cem Aplicap™ mit 20 µl H₂O₂ machten die deutlich geringere Festigkeit des Zements sichtbar (vgl. Abb. 5-7.1).

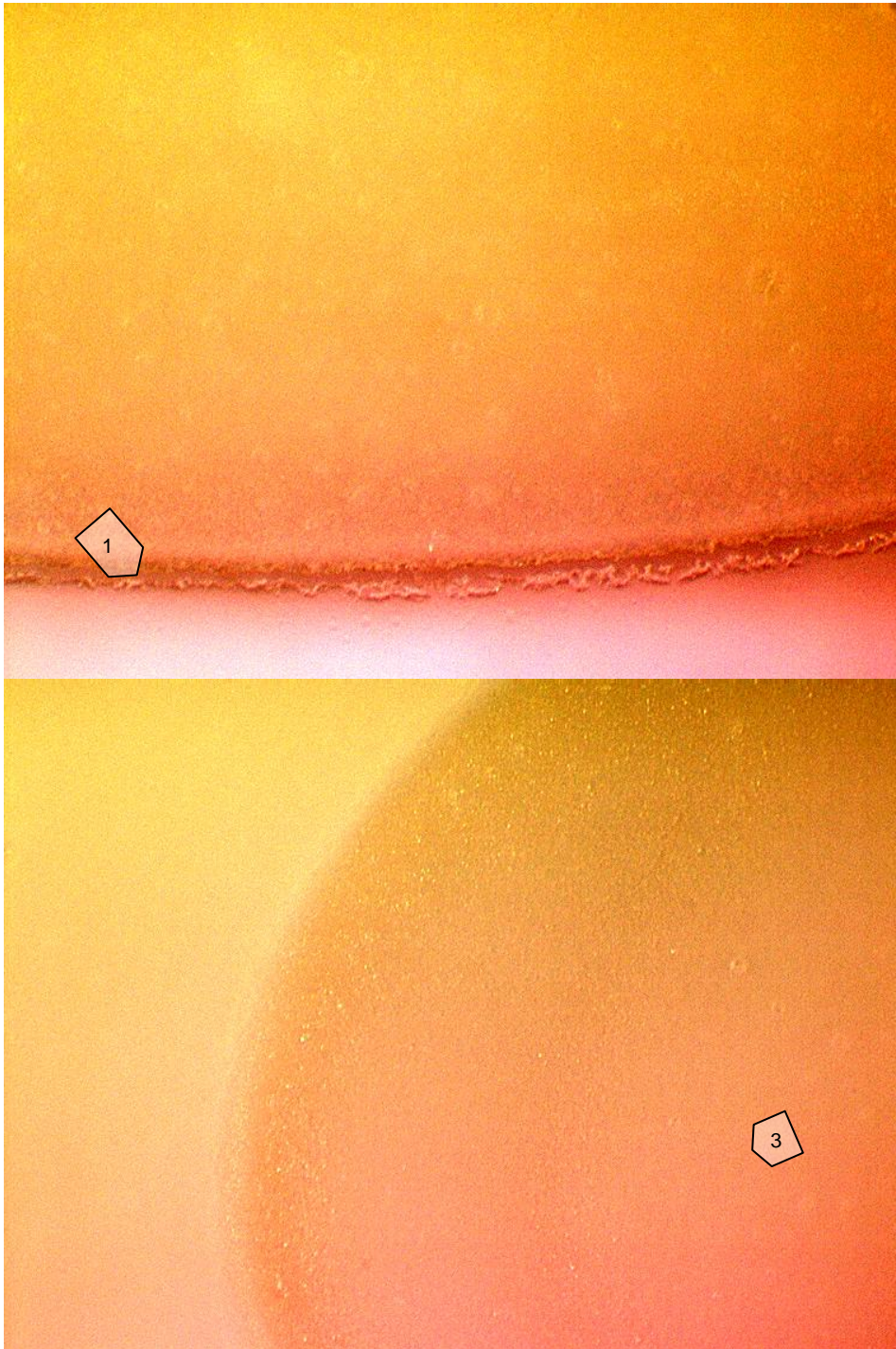


Abb. 5-7.1: Lichtmikroskop Ketac™ Cem Aplicap™ mit 20 µl H₂O₂

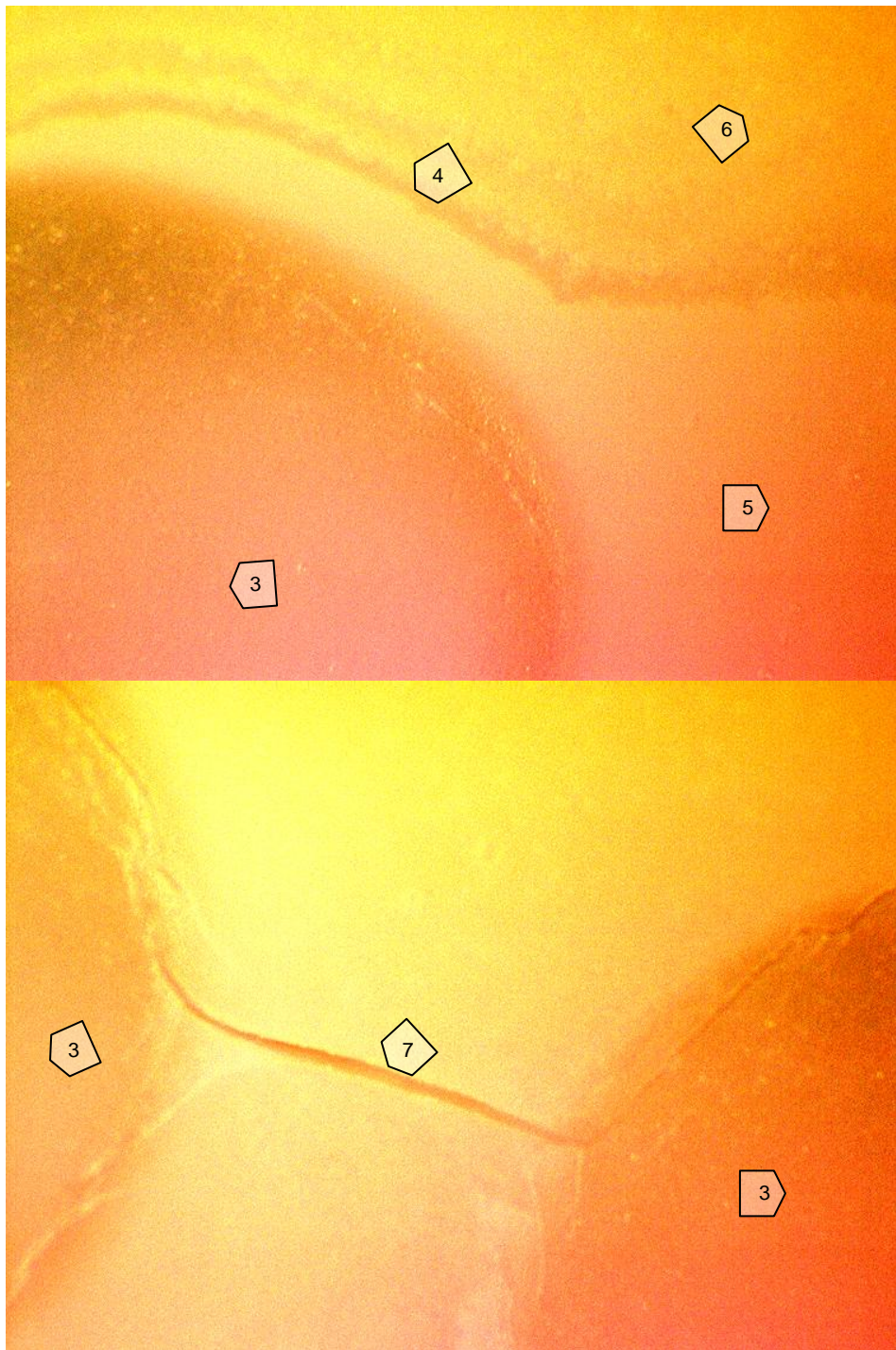


Abb. 5-7.2: Lichtmikroskop Ketac™ Cem Aplicap™ mit 20 µl H₂O₂

Auch war bei den Aufnahmen der Proben des Ketac™ Cem Aplicap™ mit 20 µl H₂O₂ nunmehr ein deutlicher Übergang (4) zwischen Adhäsionsflächen (5) und nichtadhäsiven Flächen (6) zu sehen. Durch die dabei erhöhte Porosität des Glasionomerzements kam es teilweise sogar zu Bruchkanten (7) in der Zementstruktur. Diese Bruchstellen bildeten sich besonders häufig zwischen großen Blasen (3) im Zement (vgl. Abb. 5-7.2).

War die Oberfläche des Zahnes hingegen mit einem Ölfilm verschmutzt, wurde die Adhäsion zwischen den Cercon® Zirkoniumdioxid-Prüfplättchen und dem Glasionomer-Befestigungszement verschlechtert, wenn nicht gar aufgehoben. Bei der Probenreihe Ketac™ Cem Aplicap™ mit Ölfilm kam es zur Bildung von Ölflecken bzw. Ölbläschen (8) und Ölschlieren (9) auf der Zementoberfläche (Abb. 5-8.1).

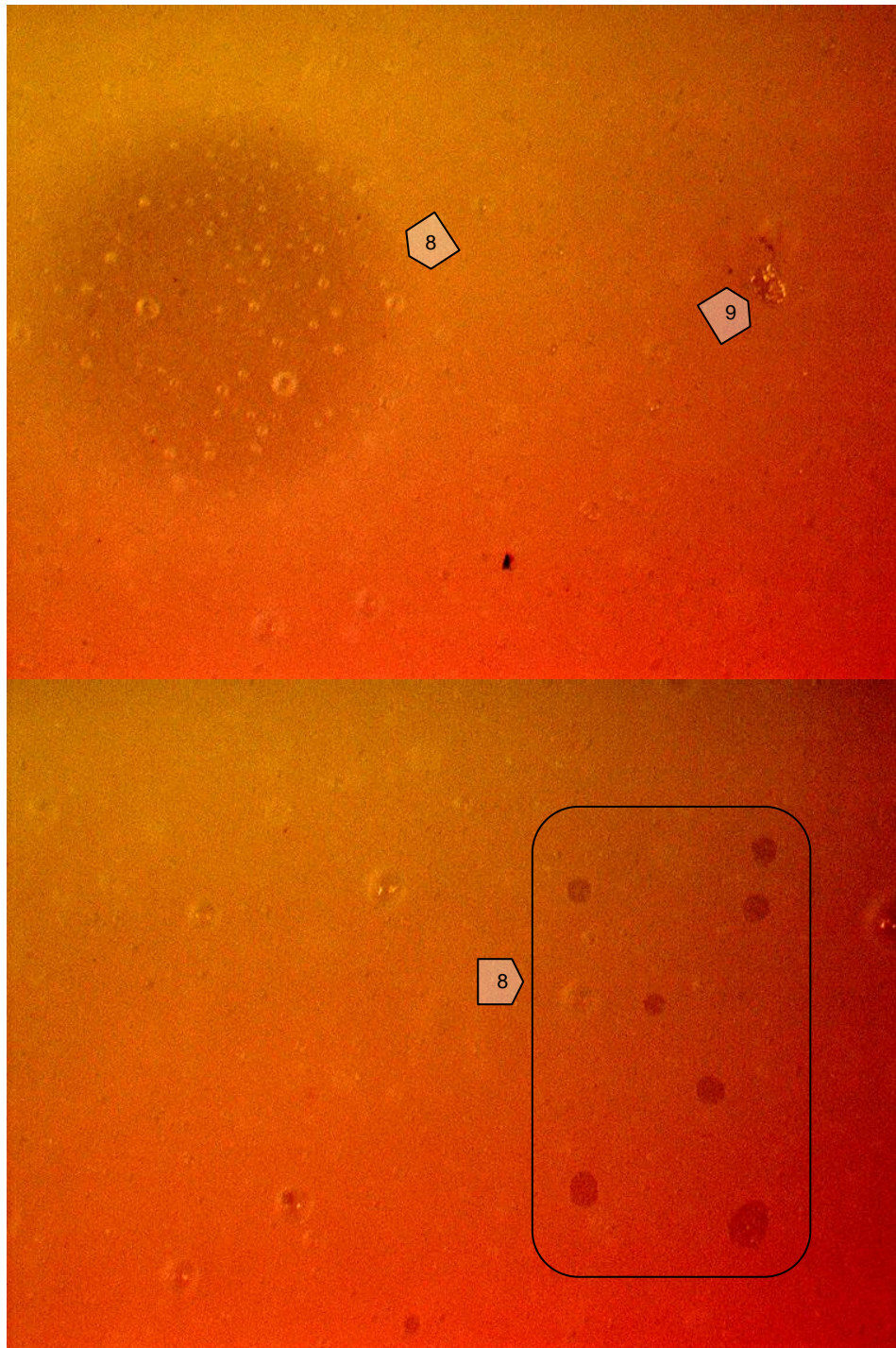


Abb. 5-8.1: Lichtmikroskop Ketac™ Cem Aplicap™ mit Ölfilm

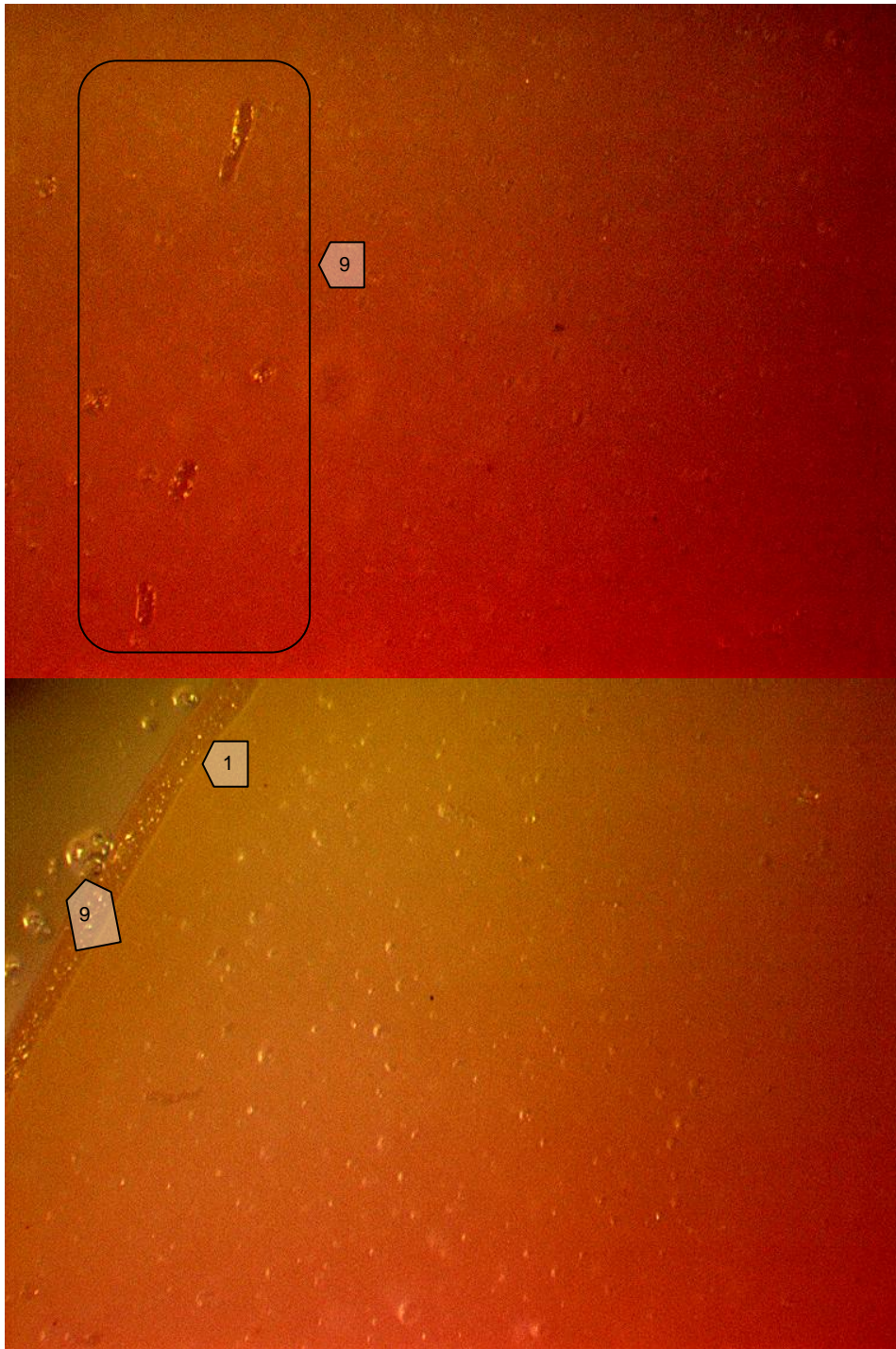


Abb. 5-8.2: Lichtmikroskop Ketac™ Cem Aplicap™ mit Ölfilm

Durch den Ölfilm zwischen dem Objektträger und der Glasionomeroberfläche erschien der Zement leicht dunkler. Die Ölschlieren (9) zogen sich über die gesamte Zementoberfläche bis über den Zementrand (1) hin durch. Somit ließ sich erkennen, dass sich der Ölfilm relativ regelmäßig über die gesamte Kontaktfläche zwischen dem Zirkoniumdioxid-Plättchen und dem Glasionomerzement erstreckte (vgl. Abb. 5-8.2).

So lässt sich abschließend zu den Kontrollversuchen festhalten, dass die angestrebten Zementveränderungen ziemlich gut erreicht werden konnten.

5.2 Bestimmung der Bruchfestigkeit

Die Bruchfestigkeitswerte der auf menschlichen Zähnen zementierten Zirkoniumdioxid-Plättchen lagen insgesamt im Mittel bei einem Wert von 1238 N. Bei der Analyse der Bruchtests wurden die Serien nach zwei Kriterien miteinander verglichen. Zum einen, ob ein unterschiedlich dicker Zementspalt die Bruchfestigkeit der Cercon®-Plättchen beeinflusst, und zum anderen, ob bei immer gleichem Zementspalt eine Verschlechterung der Zementeigenschaften eine verminderte Bruchfestigkeit bedingen kann.

5.2.1 Vergleich der Zementspaltveränderungen

Die Veränderungen des Zementspalts in den Gruppen Ketac Cem 100µm, Ketac Cem 250µm, Ketac Cem 1000µm und Ketac Cem 2000µm konnten das Bruchfestigkeitsverhalten der Cercon®-Plättchen kaum beeinflussen. Die einzelnen Mediane (Tab. 5-1) der Gruppen schwankten zwischen 1220 N (Ketac Cem250µm) und 1367 N (Ketac Cem 100µm + 1000µm).

Serie	Median [N]	25 % / 75 % Percentile [N]
Ketac Cem 100µm	1367	1062 / 1470
Ketac Cem 250µm	1220	742 / 1490
Ketac Cem 1000µm	1367	1290 / 1685
Ketac Cem 2000µm	1330	1285 / 1433

**Tab. 5-1: Bruchfestigkeit von auf menschlichen Zähnen mit Glasiomonomerzement zementierten Zirkoniumdioxid-Plättchen bei verschiedenen Zementspaltmaßen.
Median, 25 % / 75 % Percentile der Bruchfestigkeit**

Die im Rahmen der Studie vorgenommen Variationen der Zementspaltgrößen bewirkten keine Veränderung der Bruchfestigkeit von Zirkoniumdioxid.

5.2.2 Vergleich aller Zementveränderungen

Die Verschlechterung der Zementeigenschaften durch die Zugabe von H_2O_2 bzw. die Schaffung eines Ölfilms auf dem Zahn führten zu deutlich reduzierten Bruchwerten (vgl. Abb. 5-9). Die Gruppe Ketac Cem 100 μ m mit Ölfilm besaß nur noch eine Bruchfestigkeit von 1135 N (Median; 825/1372 N 25 %/ 75 % Percentile), wohingegen die Werte der Serie Ketac Cem 100 μ m mit 20 μ l H_2O_2 sogar auf 877 (Median; 720/1266 N 25%/75% Percentile) sanken.

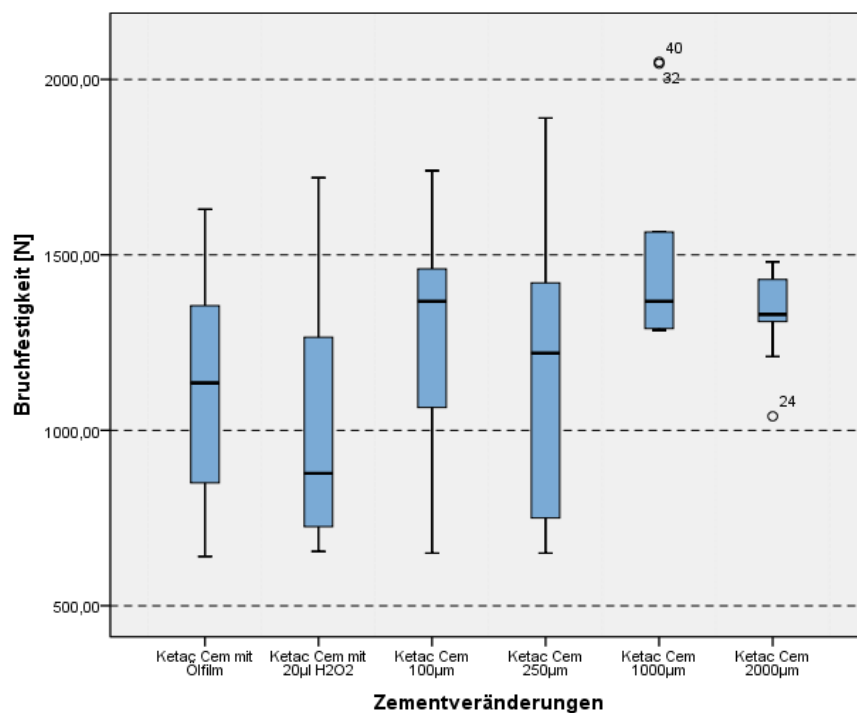


Abb. 5-9: Bruchfestigkeit [N] der Zirkoniumdioxid-Plättchen zementiert auf natürlichen Zähnen. Dargestellt als Medianwert (25%/75% Percentile; blauer Balken) mit Extremwerten (äußerste Enden sowie °) bei veränderten Zementspaltbreiten und Zementeigenschaften

Während selbst bei einer extrem großen Zementfuge (bis zu 2000 μ m) sich das Bruchverhalten der Zirkoniumdioxid-Plättchen nicht signifikant verändert hat, kam es durch die Zugabe von H_2O_2 nicht nur zu einer porösen Zementstruktur und einem geringeren Festigkeitswert des Zements, sondern auch zu einer (siehe Abb. 5-9) deutlichen Verminderung der Festigkeitswerte. Die

ERGEBNISSE

Bruchwerte von Ketac Cem 100µm mit 20 µl H₂O₂ wiesen bis auf die Gruppe Ketac Cem 250µm im Vergleich zu Ketac Cem 100µm (p=0,019), Ketac Cem 1000µm (p<0,001) und Ketac Cem 2000µm (p=0,006) eine signifikant niedrigere Bruchfestigkeit auf (Tab 5-2).

	Ketac Cem mit Ölfilm	Ketac Cem mit 20 µl H ₂ O ₂	Ketac Cem 100µm	Ketac Cem 250µm	Ketac Cem 1000µm	Ketac Cem 2000µm
Ketac Cem mit Ölfilm		n. s.	n. s.	n. s.	0,017	n. s.
Ketac Cem mit 20 µl H ₂ O ₂			0,019	n. s.	0,001	0,006
Ketac Cem 100µm				n. s.	n. s.	n. s.
Ketac Cem 250µm					n. s.	n. s.
Ketac Cem 1000µm						n. s.
Ketac Cem 2000µm						

Tab. 5-2: Signifikanzniveau (p) (n. s. = nicht signifikant)

Die verminderte Adhäsion des Zements auf dem Zahnplateau wurde durch eine dünne Ölschicht aus Winkelstück-Pflegeöl realisiert, wodurch die Bruchfestigkeit ebenfalls vermindert wurde. Jedoch war der Rückgang der Festigkeitswerte nicht so hoch wie der durch den porösen Zement entstandene. Verglichen mit den Gruppen, bei denen lediglich der Zementspalt variiert wurde, zeigte schließlich nur die Gruppe Ketac Cem 1000µm (p=0,017) signifikant höhere Bruchfestigkeitswerte.

6. Diskussion

In dieser Studie sollte die Nullhypothese widerlegt werden: „Die Zementspaltdicke, die Oberflächenkontamination und die Zementporosität beeinflussen nicht das Frakturverhalten von dünnen ($< 1\text{ mm}$) Zirkoniumdioxid-Plättchen, welche mit einem Glasionomerezement auf menschlichen Zähnen zementiert werden.“ Dünnere Zementspaltwerte als $100\text{ }\mu\text{m}$ könnten möglicherweise einen Einfluss auf das Bruchverhalten haben. Dies wurde für Glaskeramiken in Verbindung mit adhäsiver Zementierung gezeigt. Jedoch zeigten sowohl hauseigene als auch andere in vitro Studien, dass der Zementspalt bei festsitzendem, vollkeramischen Zahnersatz aus Zirkoniumdioxid nie kleiner war als $100\text{ }\mu\text{m}$ [107, 108]. Diese Studie wurde unter „perfekten“ Laborbedingungen durchgeführt. Allerdings kommen in der klinischen Realität Zementspaltwerte von $250\text{ }\mu\text{m}$ und mehr vor, weshalb es sinnvoll erschien, das Hauptaugenmerk der Untersuchungen auf Zementspaltgrößen von mindestens $100\text{ }\mu\text{m}$ zu legen [108].

6.1 Diskussion des Materials

Das verwendete Zirkoniumdioxid (Cercon®, DeguDent, Hanau, D) ist ein klinisch bewährtes Gerüstmaterial für Zahnersatz und bedarf in der Regel keiner adhäsiven Zementierung [109, 110]. Für diese Studie war eine konventionelle Zementierung mit dem Glasionomer-Befestigungszement Ketac™ Cem Aplicap™ (3M ESPE, Seefeld, D) das Mittel der Wahl.

Ketac Cem erfüllt die an Zemente gestellten Anforderungen hinsichtlich Biokompatibilität, Korngröße, Farbpenetration und Retentionskräften (vgl. 2.2). Des Weiteren besitzt dieser Zement eine Festigkeit von $5,8\text{ MPa}$ und mehr [111], was für die Zementierung von Zirkoniumdioxid mehr als ausreichend ist, um die Bruchfestigkeit nicht von den Materialeigenschaften abhängig zu machen (vgl. 1). Klinische Studien zeigen sogar, dass Ketac Cem unter bestimmten Voraussetzungen zur Befestigung von glasinfiltrierten Oxidkeramiken und Glaskeramiken geeignet sein kann [95].

Wie die Literatur zeigt, schneiden bezüglich der erzielten Porosität, Bläschenbildung und Festigkeitswerte per Hand exakt angemischte Zemente besser ab als mechanisch angemischte Kapselsysteme [112, 113]. Dabei spielt es keine Rolle, ob der Zement beim automatischen Anmischen geschüttelt oder gedreht wird. Jedoch können auch mangelhaftes oder zu kurzes

bzw. zu langes Vermischen von Pulver und Flüssigkeit die Zementqualität deutlich verschlechtern.

Gerade in der Praxis stellt dieser Faktor oft ein Problem dar. Deshalb wurde zur Durchführung der Versuche mit KetacTM Cem AplicapTM (3M ESPE, Seefeld, D) bewusst ein Kapselsystem gewählt, da für die Vergleichbarkeit der Bruchfestigkeitswerte ein immer gleicher Zement von entscheidender Bedeutung war. Durch das automatische Anmischen mit dem Kapselanmischgerät konnten Handlingfehler, die zur Beeinflussung der Zementqualität hätten führen können, minimiert werden. Ebenso war die Applikation des Zements auf den Zahnstumpf wesentlich präziser möglich.

6.2 Diskussion der Methodik

6.2.1 Zementspalt

Der Einfluss der Zementspaltstärke auf die Bruchfestigkeit von Keramik wurde in der Literatur bereits untersucht. Sowohl Molin et al. [2], Prakki et al. [7] als auch Scherrer et al. [6] untersuchten dabei jeweils die Plättchen aus Glaskeramik, welche mittels eines Kunststoffzements adhäsiv zementiert wurden.

Bei den Studien von Molin et al. und Prakki et al. wurden die gewünschten Zementspalte durch zwischen die Flächen gelegte Platzhalter erreicht. Scherrer et al. nutzten eine Formel aus Druck und Zeit, um die unterschiedlichen Zementspaltwerte zu erreichen. Einzig bei den Versuchen von Prakki wurden dabei ebenfalls extrahierte menschliche Zähne (Schneidezähne) als Stumpfmaterial benutzt.

Die Zementspaltdicke wurde in dieser Arbeit mittels einer Apparatur in Verbindung mit einem Parallelfräsgesetz (Degussa F1, Degussa, Hanau, D) erreicht. Dadurch konnte auf das Einfügen von Platzhaltern verzichtet und somit beim Zementieren die ganze Fläche des Zahnplateaus zur großflächigen Unterstützung des Zirkoniumdioxid-Plättchens genutzt werden. Während z. B. bei Scherrer et al. für einen gewünschten Zementspalt das nötige zu verwendende Gewicht aufwendig bestimmt werden musste, konnte durch diese Vorrichtung einfach, schnell und exakt der Abstand zwischen Zahnfläche und Keramik-Plättchen beliebig variiert werden. Auch konnte ein, im Vergleich zu den anderen Studien, genaueres Arbeiten mit einer Abweichung von weniger als 5 µm realisiert werden. Dies konnte durch exaktes digitales Vermessen der

Aufnahmen der Kamera Leica EC 3 (Leica, Nußloch, D) über das Leica® Mikroskop (Leica, Nussloch, D) mit der OPTIMAS - Analysesoftware (Stemmer Imaging GmbH, Puchheim, D) bestätigt werden.

6.2.2 Zementeigenschaften

Handlingfehler beim Anmischen des Zements können zu einem fehlerhaften Mischungsverhältnis von Pulver und Flüssigkeit und somit zu einem zu klumpigen oder zu flüssigen und damit zu weichen Zement führen [114]. Auch können durch fehlerhaftes Mischen der beiden Komponenten Blasen entstehen oder eine unzureichende Durchmischung erfolgen, wodurch der Zement eher porös wird. Bedingt durch Öl aus dem Winkel-/Handstück oder durch Speichel kann es zur Kontamination sowohl des Zahnes wie auch der Krone kommen.

Um die Problematik dieser Anwenderfehler zu untersuchen, wurden die Zementeigenschaften verändert. Zum einen wurden dem Zement in die Flüssigkeitskammer der Kapsel 20 µl H₂O₂ zugegeben. Dies führte einerseits bedingt durch die chemische Reaktion des H₂O₂ zur vermehrten Blasenbildung im angemischten Zement und andererseits aufgrund des erhöhten Flüssigkeitsgehalts im Zement zu einer weicheren und poröseren Struktur. Zum anderen wurde zur Simulation einer Kontamination des Zahnes ein Tropfen Öl auf den Zahnstumpf gegeben und mit Druckluft verblasen. Hiermit sollte eine Reduzierung der adhäsiven Verbindung zwischen Glasionomerezement und Zahn, beruhend auf der Reaktion zwischen den COO⁻-Ionen der Polycarbonsäureketten des frischen Zements mit dem Hydroxylapatit des Zahnes erreicht werden (vgl. 2.2.3.4).

6.3 Diskussion der Ergebnisse

Die Gruppen mit den vier verschiedenen Zementspaltmaßen von 100 µm, 250 µm, 1000 µm und 2000 µm konnten bezüglich der Bruchfestigkeitswerte der Prüf-Plättchen keine signifikanten Unterschiede aufweisen. Somit spielt bei der Verwendung eines Glasionomer-Befestigungszements ein „zu großer“ Zementspalt bezüglich der Festigkeit von Zirkoniumdioxidrestorationen keine entscheidende Rolle.

Eine Kontamination der Zahnoberfläche mit Pflegeöl aus dem Winkel- bzw. Handstück bewirkte eine leichte Verringerung der Festigkeit. Durch das Öl wurde die Benetzungsfähigkeit der wässrigen Lösung des angemischten Glasionomer-Befestigungszements reduziert. Die Ölschlieren führten zu Fehlstellen, wodurch einige Bereiche des Zirkoniumdioxid-Plättchens während der Biegebelastung durch die Kugel des Prüfstempels der Universalprüfmaschine (Zwick 1446, Zwick GmbH, Ulm, D) nicht vollständig durch den Zement unterstützt wurden. Solch eine enorme Verunreinigung der Zahnoberfläche mit Öl, wie sie in der Versuchsdurchführung vorgenommen wurde, wird in der klinischen Realität natürlich selten vorkommen. Daher wird im klinischen Alltag die Bedeutung der Ölkontamination für die Bruchfestigkeit von Zirkoniumdioxidversorgungen wohl eine untergeordnete Rolle spielen.

Einen entscheidenderen Einfluss auf die Bruchfestigkeit der Cercon®-Plättchen hatte die Porosität und die verminderte Festigkeit des Glasionomerzements. Für adhäsive Kunststoffzemente wurde bereits nachgewiesen, dass Schlieren und Luftblasen den Schrumpfstress während des Zementierens senken [115]. Damit lässt sich erklären, dass bei einem größer werdenden Zementspaltmaß die Bruchfestigkeit von Glaskeramiken zunimmt. In dieser Studie wurde jedoch kein Bondingadhäsiv zwischen dem Glasionomerzement und der Zirkoniumdioxidkeramik verwendet. Der Schrumpfstress von Glasionomerzementen beim Zementieren ist ohnehin gering. Wenn ein radialer Biegebruch auftritt, beginnt dieser mit der Biegung zwischen den einzelnen Bestandteilen. Während der Biegung werden die Füllkörper und die Matrix des Zements im oberen Bereich zusammengedrückt und im unteren Bereich auseinandergezogen [116]. Der größte Teil der Biegekräfte muss dabei von den Füllkörpern absorbiert werden. Diese kommen miteinander in Kontakt und verstärken einander gegen die einwirkenden Kräfte. Falls nun aber Schlieren und Luftblasen in den Zementschichten eingeschlossen sind, kommt es zu Schwachstellen im Zement. Dadurch wird die Unterstützung des Keramik-Plättchens durch den Zement gegenüber den durch den Prüfstempel applizierten Kräften zunehmend insuffizienter. Auf der Zementseite wird die auf die Keramik wirkende Zugkraft stetig zunehmen bis es zur Rissbildung und schließlich zum endgültigen Versagen der Keramik kommt. Durch die Ergebnisse der Studie kann nicht abgeschätzt werden, inwieweit Fehlstellen und Luftblasen klinisch relevant den Langzeiterfolg von Zirkoniumdioxidkronen beeinflussen. Jedoch unterstreicht sie, wie wichtig es ist, dass in der zahnärztlichen Praxis das vorgegebene Mischungsverhältnis bei der Verarbeitung von konventionellen Befestigungszementen exakt eingehalten wird [114, 117].

6.4 Klinische Aspekte und Resultat

Ein typisches Problem bei vollkeramischen Kronen ist Chipping. Im Gegensatz zum Bruch kommt es hierbei nicht zum totalen Versagen der Restauration, da Chipping lediglich die Verblendkeramik betrifft und spätestens am Übergang zum Gerüst endet. Verblendungen besitzen meist eine Schichtstärke zwischen 1 und 2 mm. Daher wird die Gefahr von Chipping meistens durch die Werkstoffeigenschaften der Feldspatkeramik bestimmt und kann normalerweise nicht als radialer Biegebruch angesehen werden. Deshalb ist es untypisch, dass Chipping von Verblendmaterial bei Zirkoniumdioxid durch Zementierfehler bedingt werden kann. Zirkoniumdioxidrestaurationen scheinen sehr unempfindlich gegenüber Zementierfehlern zu sein. Wenn es aber beim Zementiervorgang zu fatalen Fehlern kommt, könnte das zu einem, von der Seite der Zementoberfläche her beginnenden, radialen Biegebruch führen. Der initiale Riss breitet sich dann vom Gerüst über die Verblendung aus und es kommt zum totalen Versagen der Restauration, zum Bruch.

Schlussfolgernd lässt sich sagen, dass die Bruchfestigkeit der dünnen Zirkoniumdioxid-Plättchen (ca. 0,7 mm) durch unterschiedliche Schichtstärken des Zementspalts nicht beeinflusst wird. Eine durch Handlingfehler bedingte Kontamination der Zahnoberfläche oder eine höhere Porosität des Befestigungszements können jedoch zu verminderten Bruchfestigkeitswerten führen. Dabei ist die Reduzierung der Bruchfestigkeit bei erhöhter Porosität größer als bei einer kontaminierten Zahnoberfläche.

7. Zusammenfassung

Die Intention dieser Studie war es, die Bruchfestigkeit von Zirkoniumdioxid-Plättchen in Abhängigkeit von den Zementspaltwerten zu untersuchen. Da in der zahnärztlichen Praxis auch noch weitere Handlingfehler beim Zementiervorgang möglich sind, wurden zusätzlich mögliche Veränderungen der Zementeigenschaften untersucht. Dazu wurden ein Adhäsionsverlust durch eine kontaminierte Zahnoberfläche oder eine geringere Zementhärte durch eine erhöhte Porosität des Zements simuliert. So wurden bei der kleinsten gewählten Zementdicke die Auswirkungen von kontaminierten Zahnoberflächen sowie erhöhter Porosität des Zements untersucht.

Zunächst musste eine Zementierapparatur entwickelt werden, die es erlaubte, die Prüf-Plättchen mit exakt definiertem Zementspaltmaß zu zementieren. Dies wurde mit dem Fräsgerät Degussa F1 (Degussa, Hanau, D) durch den einstellbaren Tiefenanschlag erreicht. Nach dem Herstellen von 0,7 mm dünnen Zirkoniumdioxid-Plättchen aus Cercon® base (DeguDent, Haunau, D) wurden 70 kariesfreie extrahierte menschliche Zähne mit einer diamantierten Innen-Loch-Säge Leica® SP 1600 (Nussloch, D) auf Höhe des anatomischen Äquators senkrecht zur Zahnachse dekaptiert, so dass ein Zahnplateau entstand. Auf die gesockelten Zähne konnten die Plättchen anschließend mit Ketac™ Cem Aplicap™ (3M ESPE, Seefeld, D) zementiert werden. Es wurden 7 Prüfserien á 10 Prüfkörper gebildet. Der Einfluss der Zementspaltgröße wurde in 4 Gruppen mit einer Zementschichtstärke von 100 µm, 250 µm, 1000 µm und 2000 µm untersucht. Die Untersuchung der veränderten Zementeigenschaften erfolgte bei 100 µm. Eine Kontrollgruppe wurde einer Serie mit erhöhter Porosität, eingeschlossenen Luftbläschen und reduzierter Festigkeit, bedingt durch die Zugabe von 20 µl H₂O₂ zum Zement, und einer Serie mit einer, durch einen mit Druckluft verblasenen Öl-Tropfen (KaVo Pflegespray, KaVo, Leutkirch, D), kontaminierten Zahnoberfläche gegenübergestellt.

Nachdem die gewählten Zementspaltmaße und die veränderten Zementeigenschaften in Kontrollversuchen verifiziert worden waren, ergab der Vergleich der Bruchfestigkeitswerte der reinen Zementspaltgruppen untereinander keine signifikanten Unterschiede. Eine verminderte Adhäsion des Glasionomerezements am Zahn durch eine mit einem Ölfilm kontaminierte Zahnoberfläche führte nur im Vergleich mit der Gruppe Ketac Cem 1000 µm zu einem statistisch signifikanten Unterschied. Dahingegen reduzierte sich die Bruchfestigkeit der Prüfserie Ketac Cem 20 µl H₂O₂ durch die erhöhte Porosität mit Ausnahme der Werte bei 250 µm zu den Serien Ketac Cem 100 µm, 1000 µm und 2000 µm signifikant.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass zu große Zementspaltmaße auf die Bruchfestigkeit von Zirkoniumdioxid-Plättchen keinen Einfluss haben. Während die vorgenommene Verunreinigung der Zahnoberfläche mit Öl unrealistisch groß erscheint und somit im klinischen Alltag die Bedeutung der durch die Ölkontamination verringerten Bruchfestigkeit von Zirkoniumdioxid wohl eine untergeordnete Rolle spielen wird, führte die Zugabe von H_2O_2 zu deutlich schlechteren Ergebnissen. Die Studie vermag nicht abzuschätzen, inwieweit Fehlstellen und Luftblasen klinisch relevant den Langzeiterfolg von Zirkoniumdioxidrestorationen beeinflussen. Jedoch unterstreicht sie die Wichtigkeit, die Verarbeitungshinweise für konventionelle Befestigungszemente in der zahnärztlichen Praxis genauestens einzuhalten.

8. Literaturverzeichnis

- [1] Thompson VP, Rekow DE. Dental ceramics and the molar crown testing ground. J Appl Oral Sci 2004; 12 (sp. Issue): 26-36.
- [2] Molin MK, Karlsson SL, Kristiansen MS. Influence of film thickness on joint bend strength of a ceramic/resin composite joint. Dent Mater 1996; 12: 245–249.
- [3] Lawn B, Pajares A, Zhang Y, Deng Y, Polack MA, Lloyd IK, RekowED, Thompson VP. Materials design in the performance of all-ceramic crowns. Biomaterials 2004; 25: 2885-2892.
- [4] Kelly JR. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. J Prosthet Dent 1996; 81: 652-661.
- [5] Loher H, Behr M, Hintereder U, Rosentritt M, Handel G. The impact of cement mixing and storage errors on the risk of failure of glass-ceramic crowns. Clin Oral Investig 2009; 13: 217-222.
- [6] Scherrer SS, de Rijk WG, Belser UC, Meyer JM. Effect of cement film thickness on the fracture resistance of a machinable glass-ceramic. Dent Mater 1994; 10: 172-177.
- [7] Prakki A, Cilli R, Da Costa AU, De Paiva SE, Lia Mondelli RF, Pereira JC. Effect of resin luting film thickness on fracture resistance of a ceramic cemented to dentin. J Prosthodont 2007; 16 172-178.
- [8] Kim JH, Miranda P, Kim DY, Lawn BR. Effect of an adhesive interlayer on the fracture of a brittle coating on a supporting substrate. J. Mater. Res 2003; 18: 222-227.
- [9] Strub JR. Vollkeramische Systeme. Dtsch Zahnärztl Z 1992; 47: 566-571.
- [10] Hahn R. Vollkeramische Einzelzahnrestorationen. Berlin 1997.

- [11] Eichner K, Kappert HF. Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung, Band 1, Grundlagen und Verarbeitung. Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 8. Aufl. 2005.
- [12] Monsenego G, Burdairon G, Clerjaud B. Fluorescence of dental porcelain. J Prosthet Dent 1993; 69: 106-113.
- [13] Anusavice KJ. Degradability of dental ceramics. Adv Dent Res 1992; 6: 82-89.
- [14] Schmalz G, Arenholt-Bindslev D. Biokompatibilität zahnärztlicher Werkstoffe. Urban&Fischer, Elsevier GmbH, München, 1. Aufl. 2005.
- [15] Gehre G. Keramische Werkstoffe. In: Eichner K, Kappert HF (Hrsg.). Zahn-ärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung. Hüthig Verlag, Heidelberg, 1996.
- [16] Mörmann WH, Bindl A. The new creativity in ceramic restorations: Dental CAD/CAM. Quintessence Int 1996; 27: 821-828.
- [17] Kaqueler J, Weiss MB. Plaque accumulation on dental restorative materials. J Dent Res 1970; 49: IADR-Abstract 615.
- [18] Rosentritt M, Hahnel S, Gröger G, Mühlfriedel B, Bürgers R, Handel G. Adhesion of Streptococcus mutans to various dental materials in a laminar flow chamber system. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2008; 86: 36-44.
- [19] Sørensen JA. A rationale for comparison of plaque retaining properties of crown systems. J Prosthet Dent 1989; 62: 264-269.
- [20] Jensen OE. Plaque retention on Dicor crowns and gingival health over 4 years. J Dent Res 1989; 68: IADR-Abstract 1129.
- [21] Eichner K, Kappert HF. Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung, Band 2, Werkstoffe unter klinischen Aspekten. Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 6. Aufl. 2008.

- [22] Tinschert J, Natt G. Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologien, Atlas für Klinik, Labortechnik und Werkstoffkunde. Deutscher Zahnärzte Verlag, Köln, 1. Aufl. 2007.
- [23] Beuer F, Schweiger J, Eichberger M, Kappert HF, Gernet W, Edelhoff D. High-strength CAD/CAM-fabricated veneering material sintered to zirconia copings - A new fabrication mode for all-ceramic restorations. Dent Mater J 2009; 25: 121-128.
- [24] Strub JR, Türp JC, Witkowski S, Hürzeler MB, Kern M. Curriculum Prothetik Band I-III. Berlin 1999.
- [25] White SM. Mechanical fatigue of feldspathic dental porcelain. Dent Mater 1993; 9: 260-264.
- [26] Rinke S, Jenatschke R. Neue Perspektiven in der Anwendung vollkeramischer Seitenzahnrestorationen auf Zirkonoxidbasis-Zwei klinische Falldarstellungen. Quintessenz Zahntech 2001.
- [27] Lauer HC. Vollkeramische Restaurationen in der Hand des Generalisten. ZM 2003; 9: 40.
- [28] Rosentritt M, Behr M, Thaller C, Rudolph H, Feilzer A. Fracture performance of computer-aided manufactured zirconia and alloy crowns. Quintessence Int. 2009; 40: 655-662.
- [29] Lüthy H, Filser F, Loeffel O, Schumacher M, Gaukler LJ, Hammerle CHF. Strength and reliability of four-unit all-ceramic posterior bridges. Dent Mater 2005; 21: 930-937.
- [30] Tinschert J, Natt G, Mautsch W, Augthun M, Spiekermann H: Fracture strength of lithium disilicate-, alumina- and zirconia-based three-unit fixed partial dentures, Int J Prosthodont 2001; 14: 231-238.
- [31] Marxkors R, Meiners H, Geis-Gerstorfer J. Taschenbuch der zahnärztlichen Werkstoffkunde. Köln 2008.
- [32] Chong KH, Chai J, Takahashi Y, Wozniak W. Flexural strength of In-Ceram Alumina and In-

- Ceram Zirconia core materials. Int J Prosthodont 2002; 15: 183-188.
- [33] Kappert HF, Knipp U, Wehrstein A, Kmitta M, Knipp J: Festigkeit von zirkonoxid-verstärkten Keramikbrücken aus In-Ceram. Dtsch Zahnärztl Z 1995; 50: 683-685.
- [34] Marc S. In-Ceram® Alumina, Verarbeitungsanleitung. Vita Zahnfabrik. Bad Säckingen 2002.
- [35] Filser F, Lüthy H, Kocher P, Schärer P, Gauckler L J. Vollkeramischer Zahnersatz im Seitenzahnbereich. Quintessenz Zahntech 2002; 28: 48-60.
- [36] Seghi RS, Sørensen JA. Relative flexural strengt of six new ceramic materials. Int J Prosthodont 1995; 8: 239-246.
- [37] Andersson M, Odén A. A new all-ceramic crown. – A dense-sintered, high purity alumina coping with porcelain. Acta Odontol Scand 1993; 51: 59-64.
- [38] Rodiger O, Kappert HF, Marinello CP. In-vitro-Bruchlasttests von 3-gliedrigen Seitenzahnbrücken hergestellt im Procera-Verfahren. Schweiz Monatsschr Zahnmed 2004; 114: 207-213.
- [39] Tinschert J, Natt G, Doose B, Fischer H, Marx R. Seitenzahnbrücken aus hochfester Strukturkeramik. Dtsch Zahnärztl Z 1999; 54: 545-550.
- [40] Schweiger M: Zirkoniumoxid – Hochfeste und bruchzähe Strukturkeramik. Ästhetische Zahnmedizin 2004; 5: 248-257.
- [41] Dermann K. Bioverträglichkeit dentaler Zirkonoxidkeramik. Biomaterialien 2004; 5: 18-19.
- [42] Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN. Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide partially-stabilized Zirconia. J Biomed Mater Res 1989; 23: 45-61.

- [43] <http://www.zirkondioxid.de/index.php?id=16>.
- [44] Maier HR. Leitfaden Technische Keramik, Werkstoffkunde II, Keramik. Selbstverlag Institut für keramische Komponenten im Maschinenbau, 2. Aufl. 1991.
- [45] Rieth PH, Reed JS, Naumann AW. Fabrication and flexural strength of ultra-fine grained yttria-stabilized zirconia. Bull Am Ceram Soc 1976; 55: 717-721.
- [46] Gupta TK, Bechtold JH, Kuznickie RC, Cadorff LH, Rosing BR. Stabilisation of tetragonal phase in polycrystalline zirconia. J Mater Sci 1977; 12: 2421-2426.
- [47] Gupta TK. Sintering of tetragonal zirconia and its characteristics. Sci Sinter 1978; 10: 205-216.
- [48] Hannink RHJ, Kelly PM, Muddle BC. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. J Am Ceram Soc 2000; 83: 461.
- [49] Theunissen GSAM, Bouma JS, Winnbuat AJA, Burggraaf AJ. Mechanical properties of ultra-fine grained zirconia ceramics. J Mater Sci 1992; 27: 4429.
- [50] Suresh A, Mayo MJ, Porter WD, Rawn CJ. Crystallite and Grain-Size-Dependent Phase Transformations in Yttrium-Doped Zirconia. J Am Ceram Soc 2003; 86: 360.
- [51] Li JF, Watanabe R. Influence of a small amount of Al₂O₃ addition on the transformation of Y₂O₃-partially stabilized ZrO₂ during annealing. J Mater Sci 1997; 1149.
- [52] Weber W, Rieger W, Clausen J, Schmotzer M. Zirconia-alumina: an alternative bearing for hip arthroplasty. Key Engineering Materials 2001; 533: 192-195.
- [53] Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel? Nature 1975; 258: 703-704.
- [54] Stevens R. Engineering properties of zirconia, In: Engineered materials hand-book. ASM International 1991; 4, USA.

- [55] Rauchs G, Fett T, Munz D, Oberacker R. Tetragonal- to monoclinic phase transformation in CeO₂- stabilized zirconia under uniaxial loading. J Eur Ceram Soc 2001; 21: 2229.
- [56] Chevalier J, Olagnon C, Fantozzi G. Subcritical crack propagation in 3 YTZP ceramics: static and cyclic fatigue. J Am Ceram Soc 1999; 82: 3129.
- [57] Matsui M, Soma T, Oda L. Stress-induced transformation and plastic deformation for Y₂O₃-containing tetragonal zirconia polycrystals. J Am Ceram Soc 1986; 69: 198-202.
- [58] Tietz HD. Technische Keramik, Aufbau, Eigenschaften, Herstellung, Bearbeitung, Prüfung. VDI-Verlag, Düsseldorf, 1994.
- [59] Tuan WH, Kuo J C. Effect of abrasive grinding on the strength and reliability of alumina. J Eur Ceram Soc 1998; 18: 799.
- [60] Kelly JR, Campbell SD, Bowen HK. Fracture surface analysis of dental ceramics. J Prosthet Dent 1989; 6: 536-541.
- [61] Thompson JY, Anusavice KJ, Naman A, Morris HF. Fracture surface characterization of clinically failed all-ceramic crowns. J Dent Res 1994; 73: 1824-1832.
- [62] Munz D, Fett T. Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe. Springer, Berlin-Heidelberg 1989.
- [63] Tinschert J, Natt G, Mohrbotter N, Spiekermann H, Schulze KA. Lifetime of alumina- and zirconia ceramics used for crown and bridge restorations. J Biomed Mater Res Part B, Appl Biomater 2007; 80B: 317-321.
- [64] Tinschert J, Zwez D, Marx R, Anusavice KJ. Structural reliability of alumina-, feldspat-, leucite-, mica- and zirconia-based Ceramics. J Dent 2000; 28: 529-535.
- [65] Weibull W. A statistical distribution function of wide applicability. J Appl Mech 1951; 18: 293-297.

- [66] Tinschert J, Götzen N, Natt G, Spiekermann H. Probleme der residualen Festigkeit von vollkeramischen Restaurationen und deren Kompensation. Vortrag auf der 55. Jahrestagung der Deutschen Gesellschaft für Zahnärztliche Prothetik und Werkstoffkunde, Berlin, 2005.
- [67] Tinschert J. Werkstoffkundliche und klinische Untersuchungen zu vollkeramischen Kronen und Brücken aus Hartkern-Systemen. Habilitationsschrift, Aachen, 2002.
- [68] Vollmann M. The innovative DeguDent all-ceramic system: benchmark for zirconia processing. Int J Comput Dent 2004; 7: 279-291.
- [69] De Long R, Douglas WH. Development of an artificial oral environment for the testing of dental restorations: bi-axial force and movement control. J Dent Res 1983; 62: 32.
- [70] Krejci I, Reich T, Lutz F, Albertoni M. An in vitro test procedure for evaluating dental restoration systems. 1. A computer- controlled mastication simulator. Schweiz Monatsschr Zahnmed 1990; 100: 953.
- [71] Westwood ARC, Latanision RM. Environment- sensitive machining behaviour of non-metals (Rebinder effect in machining ceramics). Science of ceramic machining and surface finishing. NBS Spec Pub 1972; 348: 141.
- [72] Ritter JE, Laporte RP. Effect of test environments on stress- corrosion susceptibility of glass. J Am Ceram Soc 1975; 58: 265.
- [73] Okabe T, Kido M, Miyahara T. Fatigue fracture behavior of oxide ceramics in water. Eng Fract Mech 1994; 48: 137-146.
- [74] Li J, Zhang L, Shen Q, Hashida T. Degradation of yttria stabilized zirconia at 370 K under a low applied stress. Mater Sci Eng 2001; A297: 26-30.
- [75] Yoshimura M, Noma T, Kawabata K, Somiya S. Role of H₂O on the degradation process of Y-TZP. J Mater Sci Lett 1987; 6: 465-457.

- [76] Schulle W, Ullrich B. Möglichkeiten der Herstellung von synthetischen keramischen Rohstoffen und ihre Anwendung in der Keramik. Silikattech 1985; 36: 22-24.
- [77] Filser F, Kocher P, Weibel F, Luthy H, Scharer P, Gauckler LJ. Reliability and strength of all-ceramic machining (DCM). Int J Comput Dent. 2001; 4: 89-106.
- [78] ISO 13356 Implants for surgery Ceramic materials based on yttria-stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP), 1997.
- [79] Luthardt RG, Sandkuhl O, Reitz B. Zirconia- TZP and alumina- advanced technologies for the manufacturing of single crowns. Eur J Prosthodont Restor Dent 1999; 7: 113.
- [80] Oblak C, Jevnikar P, Kosmač T, Funduk N, Marion L. Fracture resistance and reliability of new zirconia posts. J Prosthet Dent 2004; 91: 342-347.
- [81] EN ISO 6872 "Dentalkeramik", deutsche Fassung, 1998.
- [82] Luthardt R, Holzhütter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, Walter M. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. J Dent Res 2002; 81: 487-491.
- [83] Luthardt R, Holzhütter M, Sandkuhl O, Herold V, Walter M. Festigkeit und Randzonenschädigung von Zirconia TZP-Keramik nach simulierter Innenbearbeitung von Kronen. Dtsch Zahnärztl Z 2000; 55: 785-789.
- [84] Rieger W. Aluminium- und Zirkonoxidkeramik in der Medizin. IDR - Biokeramik 1993; 2: 116.
- [85] Smith DC. A new dental cement. Brit dent J, 1968; 125: 381.
- [86] Wilson AD, Crisp S, Lewis BG, McLean JW. Experimental luting agents based on glass-ionomer cements. Br Dent J 1977; 142: 117.

- [87] Smith DC. Past, present and future in dental cements. In: Craig RG (Edit): Dental materials review – University of Michigan, School of Dentistry, Michigan, 1977.
- [88] Bowen RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. J Am Dent Ass 1963; 66: 57.
- [89] Kent BE et al: The properties of a glass ionomer cement. Brit dent J 1973; 135: 322-326.
- [90] Derand T, Johansson B. Experimental secondary caries around restorations in roots. Caries Res 1984; 18: 548.
- [91] Patyk A, Hülsmann M, Rinke S. Untersuchung zur Partikelgröße zahnärztlicher Befestigungszemente. Dtsch Zahnärztl Z 1993; 48: 372-375.
- [92] Curtis SR, Richards MW, Meiers JC. Early erosion of glass-ionomer cement at crown margins, Int J. Prostodontics 1993; 6: 553-557.
- [93] Ernst CP, Wenzl N, Willershausen B. Adhesive strength of a new compomere cement. IADR/CED meeting, Berlin, 1996.
- [94] Li ZC, White SN. Mechanical properties of dental luting cements. J Prosth Dent 1999; 81: 597-609.
- [95] J.A. Sørensen, S.-K. Kang, T.J. Torres, H. Knode. In-Ceram Fixed Partial Dentures: Three-Year Clinical Trial Results, CDA Journal 1998; 26: 207-214.
- [96] Frankenberger R, Oberschachtsiek H, Teubner A, Krämer N. Retentive Strengths of Cast Gold Inlays Luted with Different Cements, IADR / CED meeting, Rom, 2001, zur Publikation angenommen.
- [97] H. Schuh. Glasionomerzemente - Entwicklung und Tendenzen (Teil 1), Zahnarzt Magazin 1993, 1.

- [98] Smith DC. Composition and characteristic of glass ionomer cements. JADA 1990; 120: 20-22.
- [99] Wilson AD, McLean JW. Glasionomerzement. Quintessenz, Berlin, 1988.
- [100] Crisp S, Ferner AJ, Lewis BG, Wilson AD. Properties of improved glass ionomer cement formulations. J Dent 1975; 3: 125-130.
- [101] Matsuya S, Maeda T, Ohta M. IR and IMR analyses of hardening and maturation of glass-ionomer cement. J Dent Res 1996; 75: 1920-1927.
- [102] Darvell BW. Materials Science for Dentistry. Edited by Darvell, Hong Kong, 7th ed., 2002.
- [103] Wilson AD, Nicholson JW. Polyalkenoate cements. In: West AR, Baxter H (eds): Acid-based cements. Their biomedical and industrial applications. Chemistry of solid state materials, Cambridge Univ Press, Vol.3, 1993.
- [104] Aboush YEY, Jenkins CBG. An evaluation of the bonding of glassionomer restoratives to dentine and enamel. Br Dent J 1986; 161: 179-184.
- [105] Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung.
http://www.bam.de/de/kompetenzen/fachabteilungen/abteilung_6/fg64/fg64_ag1e.htm.
- [106] SPSS für Windows. Vieweg Verlag, Braunschweig, D, 1994.
- [107] Stappert CF; DennerN, Gerds T, Strub Jr. Marginal adaption of different types of all-ceramic partial coverage restorations after exposure to an artificial mouth. Br Dent J 2005; 199: 779-783.
- [108] Lawn BR, Deng Y, Lloyd IK, Janal MN, Rekow ED, Thompson VP. Materials design of ceramic-based layer structures for crowns. J Dent Res 2002; 81: 433-438.
- [109] Komine F, Blatz MB, Matsumura H. Current status of zirconia-based fixed restorations. J Oral Sci 2010; 52: 531-539.

- [110] Behr M. Festsitzender Zahnersatz: Adhäsiv oder konventionell zementieren. Zm 2007; 97: 40-44.
- [111] Piwowarczyk A, Ottl P, Lauer HC. Laboratory strength of glass ionomer and zinc phosphate cements. J Prosthodont 2001; 10: 140-147.
- [112] Nomoto R, Komoriyama M, McCabe JF, Hirano S. Effect of mixing method on the porosity of encapsulated glass ionomer cement. Dent Mater 2004; 20: 972-978.
- [113] Nomoto R, McCabe JF. Effect of mixing methods on the compressive strength of glass ionomer cements. J Dent 2001; 29: 205-210.
- [114] Behr M, Rosentritt M, Loher H, Kolbeck C, Trempler C, Stemplinger B, Kopzon V, Handel G. Changes of cement properties caused by mixing errors: the therapeutic range of different cement types. Dent Mater 2008; 24: 1187-1193.
- [115] Alster D, Feilzer AJ, De Gee AJ, Mol A, Davidson CL. The dependence of shrinkage stress reduction on porosity concentration in thin resin layers. J Dent Res 1992; 71: 1619-1622.
- [116] Nicholson JW. Chemistry of glass ionomer cements: a review. Biomaterials 1998; 19: 485-494.
- [117] Hill RG, Wilson AD. A rheological study of the role of additives on the setting of glass ionomer cements. J Dent Res 1988; 67: 1446-1450.

9. Danksagung

Herrn Prof. Dr. G. Handel möchte ich dafür danken, dass er es mir ermöglicht hat, die wissenschaftlichen Untersuchungen für meine Doktorarbeit in seinem zahntechnischen Labor durchzuführen.

Herrn Prof. Dr. Michael Behr danke ich für die Überlassung des Themas und die wohlwollende Unterstützung bei der praktischen Arbeit sowie für die Korrektur des schriftlichen Teils und der statistischen Auswertung der Ergebnisse. Besonderen Dank möchte ich Herrn Prof. Dr. Michael Behr aussprechen für die Veröffentlichung dieser Arbeit in der wissenschaftlichen Fachliteratur und die Erwähnung als Koautor.

Weiterhin möchte ich mich bei Frau MTA Gudrun Karch und Frau MTA Sibylle Warzecha für die Einweisung und Unterstützung im Labor bedanken, sowie bei Frau Dipl. Ing. (FH) Sybille Schneider-Feyrer und Herrn Priv. Doz. Dr. Dipl. Ing. (FH) Martin Rosentritt für die Unterweisung in der lichtmikroskopischen Vermessung.

Ebenfalls danke ich Herrn Zahntechnikermeister Albert Hüttner für die wertvolle Hilfe bei der Entwicklung der Zementierapparatur. Auch möchte ich mich bedanken bei Herrn Zahntechnikermeister Martin Stemmer und Herrn Zahntechnikermeister Peter Höpfl für die Unterstützung bei der Herstellung der Probekörper.

Ein besonders herzliches Dankeschön gilt meiner Familie, die mir stets zur Seite stand und mich immer unterstützt hat. Für die Ermöglichung meines beruflichen Werdeganges – Danke!

10. Lebenslauf

Persönliche Daten

Vorname, Name	Sebastian Dieter Meier
Geburtsdatum, -ort	09.12.1983 in Sulzbach-Rosenberg
Familienstand	Ledig
Nationalität	Deutsch
Eltern	Siegfried Meier, Dipl. Religionspädagoge (FH) Ingeborg Meier, geb. Hirzinger, Dipl. Religionspädagogin (FH)

Schulbildung

Sept. 1990 – Juli 1994	Pestalozzi-Grundschule in Sulzbach-Rosenberg
Sept. 1994 – Juni 2003	Herzog-Christian-August-Gymnasium in Sulzbach-Rosenberg Abschluss: Allgemeine Hochschulreife
Sept. 2003 – Juni 2004	Zivildienst bei der Ökumenischen Sozialstation in Sulzbach-Rosenberg

Hochschulbildung

Okt. 2004 – Juni 2010	Studium der Zahnmedizin an der Universität Regensburg, unterbrochen von einem Semester Lehramt für Gymnasium ebenfalls an der Universität Regensburg (WS 2005/06)
Okt. 2005	Naturwissenschaftliche Vorprüfung
Okt. 2007	Zahnärztliche Vorprüfung an der Universität Regensburg
Feb. – Juni 2010	Zahnärztliche Prüfung an der Universität Regensburg
Juni 2010	Staatsexamen Zahnmedizin

Beruflicher Werdegang

Juni 2010	Approbation als Zahnarzt
Sept. 2010 – Dez. 2011	Vorbereitungsassistent bei Dr. Stefan Kraska in Kümmersbruck
Ab Jan. 2012	Vorbereitungs- und Weiterbildungsassistent bei Dr. Thomas Banach, Fachzahnarzt für Kieferorthopädie, in Königstein i. Ts.